

THÈSE

présentée

A LA FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES DE
L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

pour obtenir le titre de

DOCTEUR EN CHIMIE STRUCTURALE

par

Jacques LAMBOLEY

METHODES GONIOMETRIQUES POUR ORIENTER UNE LAME DE QUARTZ AVEC APPLICATION AU SCIAGE



Soutenue le 19 Mai 1980 devant la Commission d'Examen :

MM.

J. BERNARD

Président

R. BESSON
P. GEORGE
H. MERIGOUX
A. RIMSKY
A. ZARKA

}
Examineurs



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41546609_0011

THÈSE

présentée

A LA FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES DE
L'UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ

pour obtenir le titre de

DOCTEUR EN CHIMIE STRUCTURALE

par

Jacques LAMBOLEY

**METHODES GONIOMETRIQUES
POUR ORIENTER UNE LAME DE QUARTZ
AVEC APPLICATION AU SCIAGE**



Soutenue le 19 Mai 1980 devant la Commission d'Examen :

MM.

J. BERNARD

Président

R. BESSON
P. GEORGE
H. MERIGOUX
A. RIMSKY
A. ZARKA

Examineurs

THÈSE

Présentée

A LA FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNOLOGIES DE
L'UNIVERSITÉ DE CHARGES-COÛTES

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR EN CHIMIE STRUCTURALE

Par

Jacques LAMBOLEY



MÉTHODES CHROMATOGRAFIQUES
POUR ORIENTER UNE LAME DE QUARTZ
AVEC APPLICATION AU SÉRIAGE

Spécialité de Chimie des Matières Solides et des Surfaces

Présentée

A M. le Docteur

M. le

M. le Docteur

M. le Docteur

M. le Docteur

M. le Docteur

M. le Docteur

Présentée

UNIVERSITÉ DE FRANCHE-COMTÉ BESANÇON

Président : Monsieur le Professeur Pierre LÉVÊQUE

FACULTÉ DES SCIENCES ET DES TECHNIQUES

DOYEN

M. le Professeur Jean BULABOIS
Physique Générale-optique

ASSEESSEURS

M. le Professeur Bernard MILLET
Botanique
M. Robert GUYETANT, Maître-Assistant
Biol. animale Ecologie

DOYENS HONORAIRES

MM. GLANGEAUD, JACQUEMAIN, CHATELET,
THIEBAUT, BERNARD

PROFESSEURS HONORAIRES

MM. BENNETON, CHATELET, MESNAGE, QUANTIN
THEOBALD N., THIRY, TRILLAT, TRONCHET,
UEBERSFELD

MM. BANTEGNIE Robert	: Mathématiques	MIELLOU J. Claude	: Analyse numérique
BENILAN Philippe	: Mathématiques	MILLET Bernard	: Botanique
BERNARD Jean	: Chimie Physique	MONTAGNER Hubert	: Psychophysiologie
BIDAULT Michel	: Taxonomie expérimentale	MOREELS Guy	: Astronomie
BROQUET Paul	: Géologie	OLIVIER Marcel	: Electroniq. quantique
BRUCKERT Sylvain	: Ecologie végétale	PARIZET Jean	: Mathématiques
BULABOIS Jean	: Physique Gle optique	PERROT Roger	: Chimie générale
CAPODANNO Pierre	: Mécanique théorique	PLUVINAGE Philippe	: Physique théorique
CERUTTI Ernest	: Chimie appliquée	POTIER Robert	: Physique des sols
CHALEAT Raymond	: Mécanique appliquée	RANGHEARD Yves	: Ecologie
CHARDON J. Claude	: Spectroscopie	REAL Pierre	: Ecologie animale
CHAUVE Pierre	: Géologie minéralogie	RIPPLINGER Jean	: Physiologie animale
COUGNARD Jean	: Mathématiques	ROBERT Daniel	: Physique
DEVIN Claude	: Chimie 1er cycle	ROBERT Guy	: Electrochimie
DUBOUCHET Jacques	: Physiologie végétale	ROBERT Jacques	: Mathématiques I
GALATRY Louis	: Physique moléculaire	THEOBALD J. Gérard	: Spectroscopie hertzienne
GAUDEMER Yves	: Biochimie	THIEBAUT Jean	: Pétrogr.minéralogie
GOMOT Lucien	: Zoologie-Embryologie	TREHEL Michel	: Informatique
GOUARNE René	: Mathématiques	VERNEAUX Jean	: Zoologie-Embryologie
GRAS Georges	: Mathématiques	VIENTOT J.Charles	: Physique Gle optique
GREMILLARD Jean	: Mathématiques	WEIL Michel	: Mathématiques
KARCHE J.Paul	: Pétrographie Minéralogie		
LALLEMENT Gérard	: Mécanique appliquée		
LAUDE Bernard	: Chimie organique		
LESAINTE Pierre	: Mathématiques I		
LHOTE François	: Automatique		
MERIGOUX Henri	: Cristallographie et Synthèses minérales		

Responsable des services administratifs :

M. Jean-Marie RUNGE

Je remercie Monsieur H. MERIGOUX, Professeur à l'Université de Franche-Comté, pour m'avoir permis de mener à bien ce travail.

Je remercie également Monsieur le Doyen J. BERNARD d'avoir bien voulu présider ce jury.

Je ne saurais oublier tous les spécialistes du quartz qui se sont intéressés à ce travail :

- Monsieur R. BESSON, Professeur à l'Université de Franche-Comté, grâce à qui j'ai pu faire certaines manipulations.

- Monsieur P. GEORGE, Directeur du CETEHOR, qui s'est toujours intéressé au travail du laboratoire et qui a accepté de participer à ce jury.

- Messieurs A. RIMSKY et A. ZARKA, Maîtres de Recherche au CNRS, qui ont accepté de venir à Besançon.

Ma reconnaissance va également à Monsieur K. HRUSKA, Professeur à l'Université d'Ontario, avec qui j'ai eu d'enrichissantes discussions lors de son passage en France.

Mes remerciements vont aussi à tous les chercheurs du laboratoire J.F. DARCES, F. HENNEQUIN, C.S. LEUNG et P. ZECCHINI qui m'ont apporté une part de leur compétence.

Je remercie enfin Madame J. LEPIN pour avoir assuré avec patience et efficacité la frappe de cette thèse.

INTRODUCTION

I - DÉTERMINATION DE L'ORIENTATION D'UNE LAME MONOCRISTALLINE

3

I.1. APPAREILLAGE

I.2. MESURES ET METHODES DE CALCUL

I.2.A. ORIENTATION DE LA NORMALE GEOMETRIQUE

I.2.B. ORIENTATION DU GRAND COTE DU RECTANGLE

II - PROBLÈME DU QUARTZ

22

II.1. DEFINITIONS DES REPERES DU QUARTZ

II.1.A. REPERE LIE AU RESEAU

II.1.B. REPERE ORTHONORME INTRODUIT PAR
LES UTILISATEURS DU QUARTZ

II.2. DEFINITION DE LA COUPE DANS LE REPERE ORTHONORME

II.3. CALCUL DE θ , ϕ ET DE ψ

II.3.A. CALCUL DE θ ET DE ϕ

II.3.B. CALCUL DE ψ

III - EFFETS DE LA SYMÉTRIE DU MOTIF VIS À VIS DE CELLE DU RÉSEAU (SIGNE DE θ, ϕ)

37

III.1. POSITION DU PROBLEME

III.2. DÉTERMINATION DES SIGNES DE θ ET DE ϕ

III.2.A. SIGNE DE θ

III.2.B. SIGNE DE ϕ

IV - EFFET DE LA SYMÉTRIE SUR NOS CONDITIONS
D'OBSERVATION PAR RAYONS X

45

IV.1. ETUDE D'UN PIC

IV.2. EFFET D'UN MIROIR PERPENDICULAIRE A UN AXE A2

IV.2.A. RESOLUTION D'UN DOUBLET

IV.2.B. COUPES AT

IV.3. EFFET D'UN AXE A2

IV.3.A. COUPES X

IV.3.B. COUPES Y

V - CALCULS PRÉLIMINAIRES AU SCIAGE D'UN BLOC
MONOCRISTALLIN DE QUARTZ

67

V.1. LES SYSTEMES D'AXES

V.2. EFFETS DES ROTATIONS DE LA TÊTE GONIOMETRIQUE SUR LA
POSITION DU PLAN DE SCIAGE

V.2.A. INTRODUCTION

V.2.B. PASSAGE D'UN PLAN DE SCIAGE A UN AUTRE

V.3. DETERMINATION DE LA POSITION DE $\vec{Ox}$ DANS L'ESPACE DU CRISTAL

V.4. CALCUL DES ROTATIONS POUR OBTENIR $\vec{N}_g$

V.5. CALCUL D'INCERTITUDE SUR LE SCIAGE

V.5.A. RECHERCHE DE LA SITUATION FAVORABLE AU
CALCUL DE r_x et de r_z

V.5.B. CALCUL D'INCERTITUDE

V.6. APPLICATIONS

CONCLUSION

- A.I. - CALCUL D'INCERTITUDE SUR LES ANGLES ρ'_a , ρ'_b , ρ'_c DU GRAND COTE D'UNE LAME RECTANGULAIRE.
- A.II. - TABLEAU DES RAPPORTS $I_{(hk.l)}/I_{(kh.l)}$ POUR LA RADIATION $K\alpha$ DU CUIVRE.
- A.III. - TABLEAU DES RAPPORTS $I_{(hk.l)}/I_{(\bar{h}\bar{k}.\bar{l})}$ POUR LA RADIATION $K\alpha$ DU CUIVRE DANS LE CAS DU QUARTZ GAUCHE.
- A.IV. - CALCUL DES INCERTITUDES SUR LES ANGLES θ ET ϕ .
- A.V. - ETUDE DE SERIES DE LAMES DE QUARTZ.
- A.VI. - VERSION N° 4 DU GONIOMETRE.
- A.VII. - SYMBOLES UTILISES.

REFERENCES ET BIBLIOGRAPHIE

L'introduction, dans l'industrie horlogère, du matériau quartz a demandé la résolution de nombreux problèmes dans les domaines les plus divers.

L'aspect cristallographique a été, pour le laboratoire, l'objet de recherches portant sur la synthèse hydrothermale du quartz et sur le contrôle de l'orientation de lames taillées pour faire des résonateurs.

Dans ce travail, nous avons essayé de lier entre eux tous les problèmes relatifs à la détermination de l'orientation d'une lame taillée dans un monocristal. Les résultats obtenus s'avèrent applicables à d'autres cristaux que le quartz.

Parmi les points abordés, nous avons traité :

- la mesure de l'orientation et la restitution des résultats dans la convention de l'IRE,
- les effets de la symétrie du cristal,
- le déroulement du sciage pour lequel nous proposons une méthode originale.

Nous nous sommes attaché à définir qu'elle était la précision de nos résultats en introduisant des calculs d'incertitude adaptables à chaque situation.

Ce travail peut être considéré comme la suite des thèses de J.F. DARCES, J.Y. EXERTIER, S.A. TOURE et M-N. HECHMATI.

I - DETERMINATION DE L'ORIENTATION D'UNE LAME MONOCRISTALLINE

Les propriétés physiques d'une lame monocristalline peuvent être liées à la direction de la normale à la lame quand on exprime celle-ci dans le repère du cristal. Le phénomène de diffraction, des rayons X par exemple, permet de situer dans l'espace les normales à des plans réticulaires, c'est par rapport à ces directions, qu'avec un goniomètre, on repère la lame. Trois directions de l'espace définissent un repère que l'on appellera, par la suite, le repère expérimental et grâce auquel on pourra retrouver la position de la normale dans le repère de la maille.

Suivant les propriétés, la précision avec laquelle on doit connaître cette orientation peut varier. Dans le cas des mesures de fréquence utilisant le phénomène de piézoélectricité, la précision demandée par les théoriciens, pour la connaissance de l'orientation, serait de l'ordre de quelques secondes d'arc. Nous allons, dans ce travail, essayer de résoudre ce problème de précision en nous attachant non pas à l'effet de la seule répétition des mesures, car il peut y avoir une erreur systématique, mais à l'estimation des conséquences de la suite des opérations expérimentales nécessaires à une mesure.

La forme de la lame peut être quelconque, dans le cas le plus simple elle sera circulaire. Lorsqu'elle est délimitée par des arêtes, on peut préciser l'orientation en ajoutant, à la connaissance de la position de la normale, celle d'une des arêtes. De cette façon, on est capable, dans le cas du cristal quartz, de déterminer, comme on le verra ultérieurement, les trois angles ϕ , θ et ψ de la convention de l'IRE.

I. 1. APPAREILLAGE

Les mesures ont été faites sur des diffractomètres à rayons X spécialement conçus au laboratoire pour déterminer les orientations.

Contrairement aux appareils classiques, les deux mouvements, porte-détecteur (2θ) et porte-cristal (θ) sont indépendants. En position de mesure, le détecteur est fixe et seul le porte-cristal se déplace. Sa position est connue au millième de degré grâce à la combinaison d'un moteur pas à pas et d'un codeur optique absolu.

Ce travail a été réalisé sur les versions 2, 3 et 4 des appareils du laboratoire; la photographie, page 5, représente la version n°3. Ces versions correspondent à une suite d'améliorations portant sur la précision, l'automatisation et la rapidité d'exécution. La version n°4 avec un double détecteur sera décrite en annexe VI.

Le faisceau incident de rayons X est défini par un collimateur d'entrée constitué par deux trous circulaires distants de six centimètres. La position en 2θ du détecteur est elle même définie par le même type de collimateur.

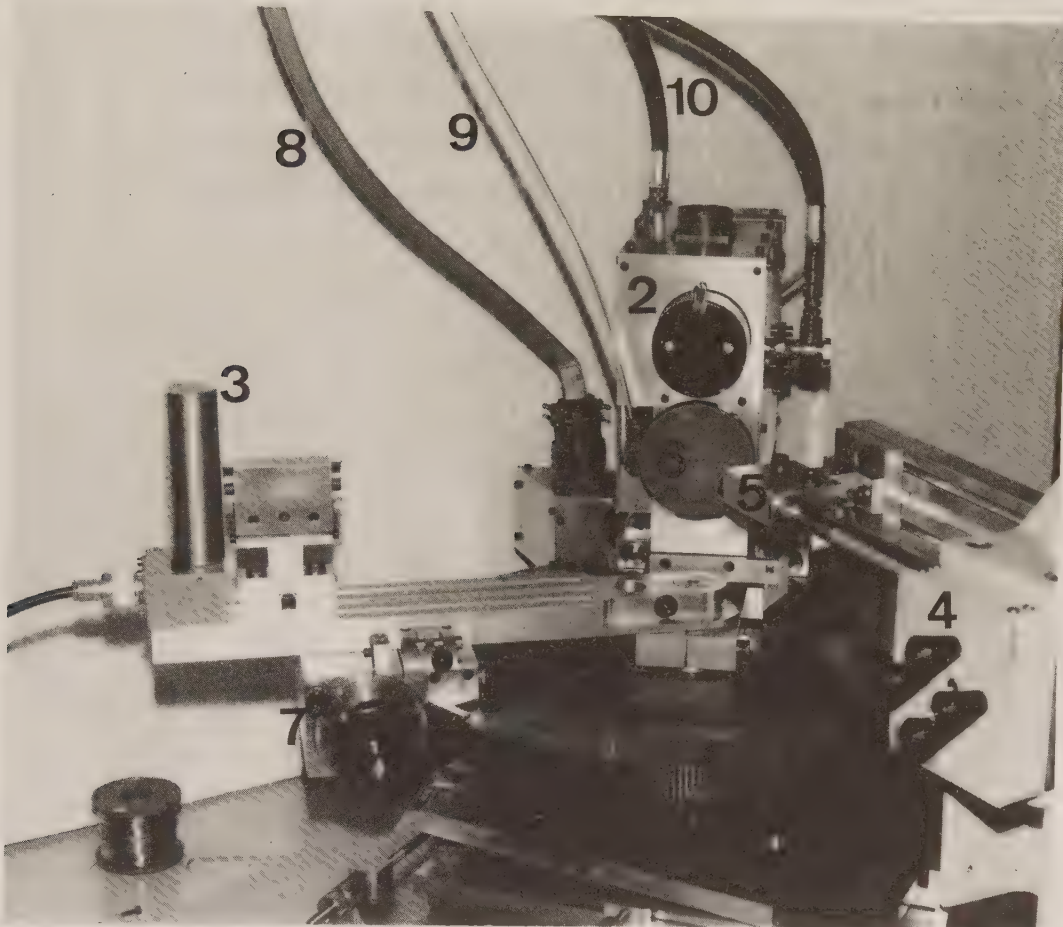
Le porte-échantillon est un plateau circulaire qui peut être animé par deux mouvements de rotation :

- une rotation autour d'un axe horizontal, la normale au plateau; cette rotation peut être assurée au choix, par un moteur pas à pas ou par un moteur hydraulique qui permet une rotation rapide et régulière.
- une rotation autour d'un axe vertical (mouvement en θ).

La combinaison de ces deux rotations permet l'observation d'un faisceau diffracté⁽²⁾.

Comme il faut tenir compte des épaisseurs variables des lames et placer la zone diffractante sur l'axe vertical du goniomètre, le plateau porte-échantillon peut également se reculer, ce déplacement est commandé par une vis micrométrique. Le plateau est percé par une couronne de trous qui permettent de maintenir la lame par succion, ce dispositif permet d'éviter toute flexion de la lame.

La photographie n° 1 présente les principaux éléments de la version n° 3.



Photographie n° 1

- 1 - Embase du goniomètre
- 2 - Tourelle goniométrique
- 3 - Détecteur à rayons X et collimateur
- 4 - Extrémité du tube à rayons X
- 5 - Collimateur d'entrée du faisceau de rayons X
- 6 - Plateau porte-échantillon
- 7 - Dispositif de déplacement manuel du bras porte-détecteur
- 8 - Cable de commande de la tourelle et de la lecture du codeur optique
- 9 - Arrivée du vide pour tenir l'échantillon sur le plateau.
- 10 - Conduites de l'alimentation du moteur hydraulique animant le plateau
- 11 - Table de réglage du goniomètre.

Les mouvements des moteurs peuvent être commandés manuellement ou par un ordinateur. On peut également faire varier la fréquence des impulsions des moteurs pas à pas ou changer de sens de rotation. Les positions angulaires sont affichées en degrés et en millièmes de degré.

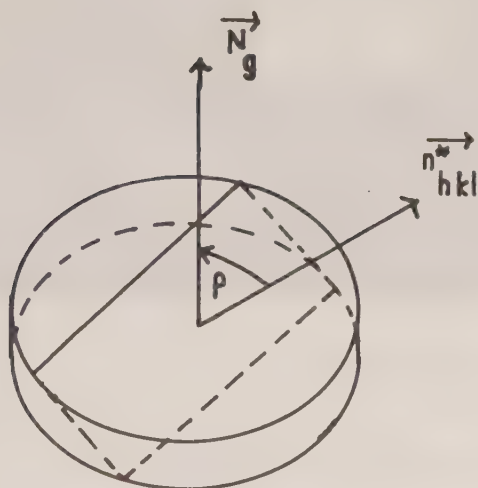
En mode automatique, le goniomètre est relié à un minicalculateur de 16 K mots de 16 bits. Autour de cet ordinateur on dispose également des périphériques usuels, à savoir : télétype, lecteur rapide de rubans, perforateur de rubans et unité de disques souples.

I.2. MESURES ET METHODES DE CALCUL

Les angles utilisés pour déterminer l'orientation de la normale géométrique et du grand côté, dans le cas d'une lame rectangulaire, ne seront pas les mêmes. Nous appellerons angles de type ρ , les angles utilisés pour calculer l'orientation de la normale géométrique et angles de type μ , ceux nécessaires au calcul de l'orientation du grand côté.

I.2.A. ORIENTATION DE LA NORMALE GEOMETRIQUE

a - Définition et mesure des angles ρ



L'angle ρ_{hkl} est défini comme l'angle que fait la normale $\vec{N}_g$ à la grande face avec la normale $\vec{n}_{hkl}^*$ au plan réticulaire (hkl).

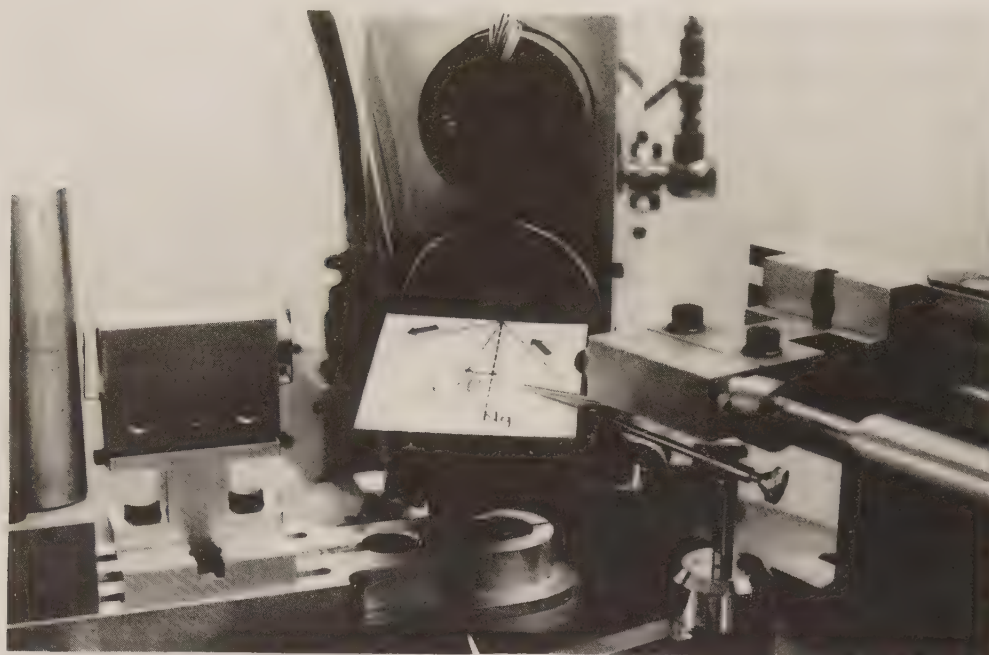
- fig 1 -

Rappelons les résultats de J.F. DARCES⁽²⁾ concernant la mesure de l'orientation de la normale géométrique. Le détecteur est placé en position de Bragg dans le plan horizontal. La rotation rapide et régulière autour de l'axe horizontal est assurée par un moteur hydraulique.

On peut montrer, en utilisant la construction d'Ewald, que les deux positions angulaires ω et Ω de l'axe de rotation vertical pour lesquelles la diffraction a lieu, sont telles que :

$$\Omega - \omega = 2\rho$$

La photographie n° 2 montre le cristal dans une des deux positions de diffraction pour le plan (hkl).



Photographie n° 2

Trois angles ρ sont nécessaires pour déterminer l'orientation de la normale géométrique $\vec{N}_g$.

b - Détermination de l'orientation de la normale $\vec{N}_g$

On mesure les angles ρ_1, ρ_2, ρ_3 que fait $\vec{N}_g$ avec les normales $\vec{n}_1^*, \vec{n}_2^*, \vec{n}_3^*$ à trois plans réticulaires d'indices $(h_1 k_1 l_1)$, $(h_2 k_2 l_2)$ et $(h_3 k_3 l_3)$.

Les trois rangées de l'espace réciproque $\vec{n}_1^*, \vec{n}_2^*, \vec{n}_3^*$ forment le repère expérimental, elles sont définies par :

$$\begin{pmatrix} \vec{n}_1^* \\ \vec{n}_2^* \\ \vec{n}_3^* \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \\ h_3 & k_3 & l_3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \vec{a}^* \\ \vec{b}^* \\ \vec{c}^* \end{pmatrix} = P \begin{pmatrix} \vec{a}^* \\ \vec{b}^* \\ \vec{c}^* \end{pmatrix}$$

Dans ce repère, on calcule les coordonnées covariantes de $\vec{N}_g$:

$$c_k = \vec{n}_k^* \cdot \vec{N}_g = |\vec{n}_k^*| \cos \rho_k \quad (k = 1, 2, 3)$$

Soient x_1, x_2, x_3 , les coordonnées covariantes de $\vec{N}_g$ dans le repère de la maille réciproque ; les coordonnées covariantes se transforment comme les vecteurs de base, on peut les calculer à partir de c_k :

$$\begin{pmatrix} c_1 \\ c_2 \\ c_3 \end{pmatrix} = P \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{pmatrix} \quad \text{d'où} \quad \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{pmatrix} = P^{-1} \begin{pmatrix} c_1 \\ c_2 \\ c_3 \end{pmatrix}$$

On peut alors remarquer que les coordonnées covariantes par rapport à la maille réciproque sont les coordonnées contravariantes par rapport à la maille directe. Les valeurs x_1, x_2, x_3 que l'on vient de calculer sont donc les indices réels non entiers de la direction $\vec{N}_g$.

x_1, x_2, x_3 étant connus, on peut calculer, en effectuant les produits scalaires : $\vec{N}_g \cdot \vec{a}$; $\vec{N}_g \cdot \vec{b}$ et $\vec{N}_g \cdot \vec{c}$, les angles ρ_a, ρ_b et ρ_c que fait $\vec{N}_g$ avec les vecteurs de base de la maille directe.

Dans la thèse de J.F. DARCES, les incertitudes n'étaient pas calculées, mais estimées d'après l'écart entre les angles mesurés et les angles recalculés à partir du résultat. Nous avons préféré introduire un calcul direct des incertitudes.

c - Calcul des incertitudes sur ρ_a, ρ_b et ρ_c

L'incertitude sur le résultat est bien entendu fonction de celles sur les angles ρ mesurés, mais elle est également fonction de la position de $\vec{N}_g$ dans le repère expérimental et de la forme de ce repère. L'incertitude sur la mesure d'un angle ρ ne dépend que de l'appareillage et on peut supposer qu'elle sera la même pour les angles ρ_1, ρ_2, ρ_3 car

ils sont mesurés de la même façon, soit $\Delta\rho$ cette valeur. Calculons l'incertitude sur le résultat final. On sait que les coordonnées covariantes de $\vec{N}_g$ dans le repère expérimental sont définies par :

$$c_k = |\vec{n}_k^*| \cos\rho_k \quad (k = 1,2,3)$$

$|\vec{n}_k^*|$ est une constante fonction des paramètres supposés connus, on aura donc :

$$dc_k = - |\vec{n}_k^*| \sin\rho_k d\rho_k \text{ et } \Delta c_k = |\vec{n}_k^*| \sin\rho_k \Delta\rho = c'_k \Delta\rho$$

Les coordonnées de $\vec{N}_g$ dans l'espace direct sont calculés par :

$$x_i = r_{ik} c_k$$

$$r_{ik} \text{ terme du tableau } R = P^{-1} \text{ et } P = \begin{pmatrix} h_1 & k_1 & l_1 \\ h_2 & k_2 & l_2 \\ h_3 & k_3 & l_3 \end{pmatrix}$$

On aura alors :

$$\Delta x_i = |r_{ik}| c'_k \Delta\rho = x'_i \Delta\rho$$

Appelons y_k , les coordonnées de $\vec{N}_g$ dans l'espace réciproque. y_k est obtenue à partir de x_i en appliquant le tenseur métrique G :

$$y_k = g_{ki} x_i$$

On a alors :

$$\Delta y_k = |g_{ki}| x'_i \Delta\rho = y'_k \Delta\rho$$

L'angle ρ_a est donné par :

$$\cos \rho_a = \frac{|\vec{N}_g \cdot \vec{a}|}{|\vec{N}_g| |\vec{a}|} = \frac{y_1}{|\vec{N}_g| \cdot a}$$

d'où :

$$d(\cos \rho_a) = \frac{dy_1}{|\vec{N}_g| \cdot a}$$

$$- \sin \rho_a d\rho_a = \frac{dy_1}{|\vec{N}_g| \cdot a} \quad d\rho_a = \frac{-dy_1}{|\vec{N}_g| \cdot a \sin \rho_a}$$

On aura donc en passant aux incertitudes :

$$\Delta \rho_a = \frac{\Delta y_1}{|\vec{N}_g| \cdot a \sin \rho_a} = \frac{y'_1}{|\vec{N}_g| \cdot a \sin \rho_a} \cdot \Delta \rho$$

$\Delta \rho_a$ est donc exprimée en fonction de grandeurs connues. On procède de la même façon pour les angles ρ_b et ρ_c .

Les expressions $\frac{y'_1}{|\vec{N}_g| \cdot a \sin \rho_a}$; $\frac{y'_2}{|\vec{N}_g| \cdot b \sin \rho_b}$ et $\frac{y'_3}{|\vec{N}_g| \cdot c \sin \rho_c}$

caractérisent le repère expérimental et la position de $\vec{N}_g$ dans ce repère.

d - Utilisation du calcul d'incertitude

Les incertitudes calculées sont de la forme $\Delta \rho_{(a,b,c)} = K \Delta \rho_{\text{mesuré}}$ où les termes K sont des facteurs liés à la position de $\vec{N}_g$ dans le repère expérimental et à la forme de ce repère. Les repères intéressants sont ceux pour lesquels ces termes sont petits, par contre s'ils sont grands, le repère choisi conduira à de mauvaises conditions de calcul.

A partir de ce critère, on peut choisir à priori, pour chaque type de lame, le repère qui donnera de faibles incertitudes. D'autre part, si l'on dispose de n mesures, on peut faire C_n^3 calculs de l'orientation et éliminer parmi les C_n^3 repères expérimentaux possibles, ceux pour

lesquels les facteurs K sont grands. On obtiendra ainsi un meilleur résultat pour l'orientation.

Etudions pour 2 cas différents l'intérêt de cette nouvelle méthode. Le premier exemple traitera de la notion "d'ouverture" de repère, le second de la recherche des mauvaises mesures.

Exemple A :

Cas d'une lame de quartz d'orientation $\rho_a = 102.33^\circ$

$$\rho_b = 37.16^\circ$$

$$\rho_c = 55.60^\circ$$

Situation 1 : le repère constitué par les normales aux plans (14.1), (23.4) et (25.4) donne les incertitudes suivantes :

$$\Delta\rho_a = 1.9 \Delta\rho$$

$$\Delta\rho_b = 2.7 \Delta\rho$$

$$\Delta\rho_c = 1.4 \Delta\rho$$

Situation 2 : le repère (14.1), (23.4) et (32.4) conduit à :

$$\Delta\rho_a = 19.3 \Delta\rho$$

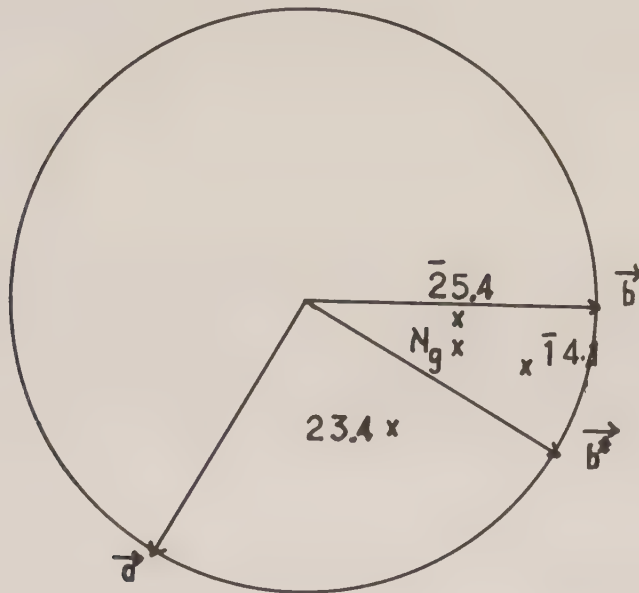
$$\Delta\rho_b = 25.2 \Delta\rho$$

$$\Delta\rho_c = 18.8 \Delta\rho$$

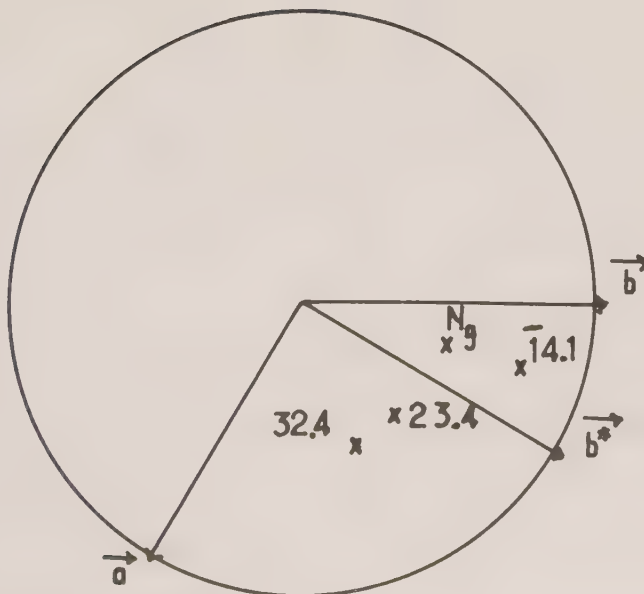
En comparant les résultats pour ces deux situations, on peut conclure que la situation 1 correspond à un meilleur repère que l'autre. On retrouve les qualificatifs de bons et mauvais repères introduits de façon tout à fait intuitive par J.F. DARCES et S.A. TOURE⁽³⁾.

Selon eux, un bon repère est un repère "ouvert". C'est-à-dire que les vecteurs de base de ce repère sont tels que l'angle que fait un vecteur avec le plan défini par les deux autres doit être assez grand. D'autre part ils avaient remarqué, que pour être dans de bonnes conditions de calcul, la direction $\vec{N}_g$ devait être à l'intérieur du repère.

Ces résultats sont illustrés à l'aide de projections stéréographiques (figures 2 et 3).



- fig 2 - Situation 1 -



- fig 3 - Situation 2 -

Dans la situation 1 (bon repère d'après le calcul d'incertitude), la normale $\vec{N}_g$ est à l'intérieur du repère expérimental qui est "ouvert". Il n'en est pas de même pour la situation 2. Cette fois le repère expérimental est presque plat, de plus $\vec{N}_g$ est en dehors du repère. Dans ce cas les angles ρ , même s'ils sont bien mesurés ne peuvent pas conduire à un bon résultat.

Exemple B :

Cet exemple va illustrer le mécanisme du test $\rho_{\text{mesuré}} - \rho_{\text{calculé}}$. Ayant calculé l'orientation de $\vec{N}_g$ à partir de trois angles ρ , on recalculait ces angles, si l'écart entre $\rho_{\text{calculé}}$ et $\rho_{\text{mesuré}}$ était petit, les mesures étaient supposées bonnes, sinon on pouvait croire que l'une d'entre elles était mauvaise.

Pour une lame de quartz étudiée par J.F. DARCES, on a extrait les valeurs numériques suivantes :

n^*	hk.l	ρ_{hk1}
1	31.4	16.20
2	32.4	29.62
3	22.3	24.90
4	40.2	18.80

• On appelle repère ijk , le repère constitué par les vecteurs de numéros ijk .

Repère	$\rho_{\text{calculé}} - \rho_{\text{mesuré}}$			Incertitudes sur $\rho_a, \rho_b, \rho_c \times \Delta\rho$			ρ_a	ρ_b	ρ_c
1 2 3	0.303	0.15	0.19	72	29.9	55.7	49.12	90.16	48.95
1 2 4	0.02	0.01	0.02	5.6	4.5	3.6	48.31	90.49	49.74
1 3 4	0.006	0.003	0.005	2.1	1.6	1.6	48.37	90.42	49.71
2 3 4	0.01	0.015	0.02	2.2	1.6	2.1	48.38	90.43	49.70

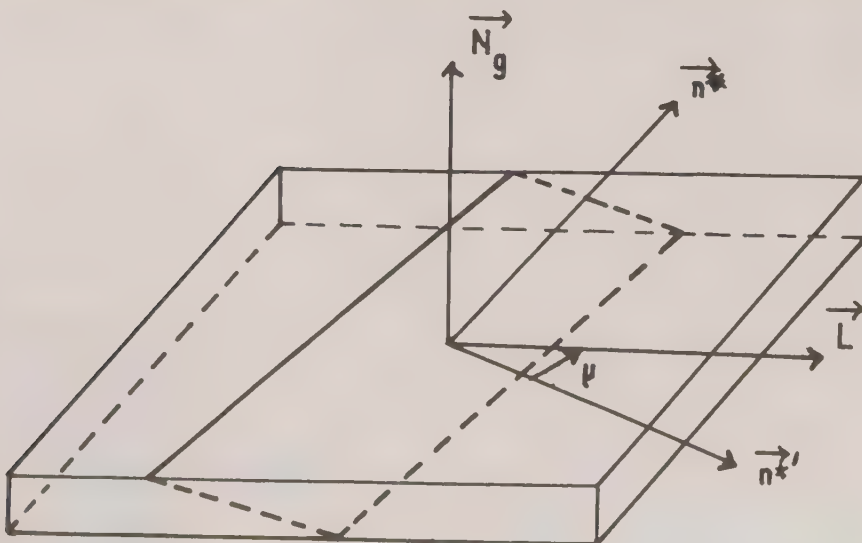
Le repère 1 2 3 donne des écarts importants pour ce test, on pouvait penser qu'une des trois mesures était mauvaise, il n'en est rien car ces trois mesures utilisées pour les autres repères conduisent à des écarts faibles. C'est en fait le repère qui est mauvais comme le montre le calcul d'incertitude.

De plus, au vu du test $\rho_{\text{mesuré}} - \rho_{\text{calculé}}$, on pouvait croire que les repères 1 2 4 et 2 3 4 offraient les mêmes garanties au sujet du résultat et on ne comprenait plus alors les différences observées. L'utilisation du calcul d'incertitude montre que l'un des repères est moins sûr que l'autre et que le résultat correspondant doit être éliminé.

Le calcul d'incertitude permet également de résoudre le problème pratique suivant : quand un constructeur désire une orientation avec des incertitudes inférieures à une valeur donnée, on peut calculer, pour un choix astucieux de repère, quelle doit être l'erreur permise au niveau de la mesure sur le goniomètre.

I.2.B. ORIENTATION DU GRAND COTE DU RECTANGLE

a - Définition et mesure des angles du type μ



- fig 4 -

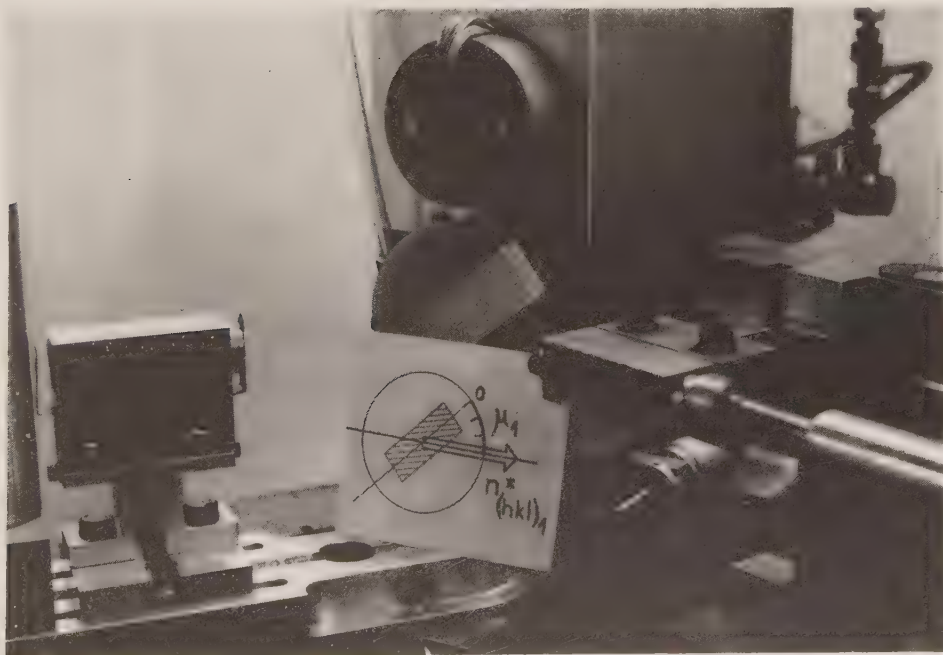
Soient $\vec{n}_{hkl}^*$ la projection sur le plan de la lame de la direction $\vec{n}_{hkl}^*$ et $\vec{L}$ la direction du grand côté. On appellera μ_{hkl} , l'angle orienté $(\vec{n}_{hkl}^*, \vec{L})$.

Rappelons les résultats de J.Y. EXERTIER⁽⁴⁾ :

L'origine des angles, pour la rotation autour de l'axe horizontal, est définie de telle sorte que le grand côté $\vec{L}$ de la lame soit dans le plan horizontal, La rotation est cette fois commandée par le moteur pas à pas.

Lors de la diffraction, les directions $\vec{N}_g$ et $\vec{n}_{hkl}^*$ sont situées dans le plan horizontal. Le détecteur étant toujours en position de Bragg et l'axe de rotation vertical amené dans la position correspondant à ω ou Ω , on observe la réflexion pour une certaine position du plateau. L'angle μ_{hkl} est alors l'angle entre la position 0 et le plan horizontal.

La photographie n° 3 montre l'angle μ_1 correspondant à la position de diffraction pour la plan (hkl).



Photographie n° 3

b - Mesure de l'orientation du grand côté d'une lame monocristalline

La solution proposée par J.Y. EXERTIER pour résoudre ce problème est inspirée de la méthode précédente avec trois vecteurs et trois angles mesurés.

Un des vecteurs du repère est la normale géométrique déjà calculée, les deux autres sont les projections sur le plan de la lame de deux directions de l'espace. Le premier angle est de $\pi/2$ et les deux autres sont les angles de type μ .

Les composantes $h_n^{*'} , k_n^{*'} \text{ et } l_n^{*'}$ de $\overrightarrow{n^{*'}}$ sont calculées à partir du triple produit vectoriel :

$$\overrightarrow{n^{*'}} = \overrightarrow{N_g} \wedge \overrightarrow{n^*} \wedge \overrightarrow{N_g} = (\overrightarrow{N_g} \cdot \overrightarrow{N_g}) \cdot \overrightarrow{n^*} - (\overrightarrow{N_g} \cdot \overrightarrow{n^*}) \cdot \overrightarrow{N_g}$$

On a alors :

$$h_n^{*' } = |\overrightarrow{N_g}|^2 h_n - (\overrightarrow{N_g} \cdot \overrightarrow{n^*}) y_1$$

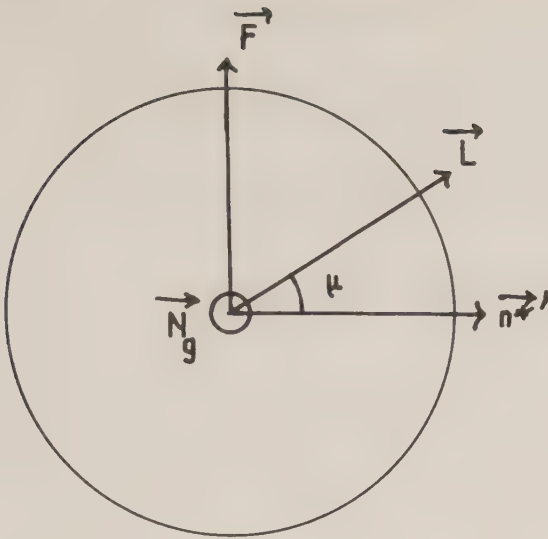
$$k_n^{*' } = |\overrightarrow{N_g}|^2 k_n - (\overrightarrow{N_g} \cdot \overrightarrow{n^*}) y_2$$

$$l_n^{*' } = |\overrightarrow{N_g}|^2 l_n - (\overrightarrow{N_g} \cdot \overrightarrow{n^*}) y_3$$

Cette méthode nécessite la mesure de deux angles μ .

c - Nouvelle méthode

Il est cependant possible d'obtenir le même résultat à partir d'un seul angle, à condition de poser le problème autrement.



La direction $\vec{L}$ est une direction perpendiculaire à $\vec{N}_g$ qui fait un angle μ avec $\vec{n}^*$.

Les composantes de la projection de $\vec{n}^*$ sont déterminées comme précédemment.

Fig. 5

Soient u_L , v_L , w_L les composantes de $\vec{L}$ dans le repère de la maille directe telle que $|\vec{L}| = 1$.

Soit $\vec{F} = \vec{N}_g \wedge \vec{n}^*$; $\vec{F}$ étant perpendiculaire à $\vec{N}_g$, donc dans le plan $(\vec{n}^*, \vec{L})$, l'angle $(\vec{L}, \vec{F})$ vaut $90-\mu$.

Les coordonnées de $\vec{F}$ dans l'espace réciproque sont données à une constante près par :

$$h_F = x_2 w_{n'} - x_3 v_{n'}$$

$$k_F = x_3 u_{n'} - x_1 w_{n'}$$

$$l_F = x_1 v_{n'} - x_2 u_{n'}$$

On peut alors écrire les relations :

$$\vec{F} \cdot \vec{L} = h_F u_L + k_F v_L + l_F w_L = |\vec{F}| \cos (90-\mu) = |\vec{F}| \sin \mu$$

$$\vec{n}^{*'} \cdot \vec{L} = h_{n'} u_L + k_{n'} v_L + l_{n'} w_L = |\vec{n}^{*'}| \cos \mu$$

$$\vec{N}_g \cdot \vec{L} = y_1 u_L + y_2 v_L + y_3 w_L = 0$$

Ce que l'on peut mettre sous la forme :

$$A \begin{pmatrix} u_L \\ v_L \\ w_L \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} |\vec{F}| \sin \mu \\ |\vec{n}^{*'}| \cos \mu \\ 0 \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad A = \begin{pmatrix} h_F & k_F & l_F \\ h_{n'} & k_{n'} & l_{n'} \\ y_1 & y_2 & y_3 \end{pmatrix}$$

On aura alors pour les composantes de $\vec{L}$ dans l'espace direct :

$$\begin{pmatrix} u_L \\ v_L \\ w_L \end{pmatrix} = A^{-1} \begin{pmatrix} |\vec{F}| \sin \mu \\ |\vec{n}^{*'}| \cos \mu \\ 0 \end{pmatrix}$$

Pour l'espace réciproque, elles deviennent :

$$\begin{pmatrix} h_L \\ k_L \\ l_L \end{pmatrix} = G \begin{pmatrix} u_L \\ v_L \\ w_L \end{pmatrix}$$

Ceci permet de calculer les angles que fait $\vec{L}$ avec $\vec{a}$, $\vec{b}$, $\vec{c}$:

$$\vec{L} \cdot \vec{a} = a \cos \rho'_a = h_L$$

$$\vec{L} \cdot \vec{b} = b \cos \rho'_b = k_L$$

$$\vec{L} \cdot \vec{c} = c \cos \rho'_c = l_L$$

Le calcul des incertitudes sur ρ'_a , ρ'_b et ρ'_c est indiqué en annexe I .

EXEMPLE : pour ces mesures c'est la version n° 2 du goniomètre qui a été utilisée, car elle possède un système d'acquisition et de commande adapté à cette situation.

Pour une lame de quartz d'orientation :

$$\begin{array}{l} \vec{N}_g \quad \rho_a = 108.48^\circ \\ \quad \rho_b = 34.80^\circ \\ \quad \rho_c = 55.92^\circ \end{array}$$

On a mesure les angles suivants :

$$\mu_{21.6} = 237.07^\circ$$

$$\mu_{31.6} = 239.58^\circ$$

$$\mu_{41.3} = 195.85^\circ$$

Les incertitudes estimées sont les suivantes :

$$\Delta \rho_a = \Delta \rho_b = \Delta \rho_c = 0.01^\circ$$

$$\Delta \mu = 0.05^\circ$$

Les calculs donnent :

$$\mu_{21.6} \left\{ \begin{array}{l} \rho'_a = 156.84 \pm 0.04^\circ \\ \rho'_b = 83.14 \pm 0.04^\circ \\ \rho'_c = 89.06 \pm 0.05^\circ \end{array} \right.$$

$$\mu_{31.6} \left\{ \begin{array}{l} \rho'_a = 156.81 \pm 0.04^\circ \\ \rho'_b = 83.17 \pm 0.04^\circ \\ \rho'_c = 89.01 \pm 0.05^\circ \end{array} \right.$$

$$\mu_{41.3} \left\{ \begin{array}{l} \rho'_a = 156.87 \pm 0.04^\circ \\ \rho'_b = 83.11 \pm 0.04^\circ \\ \rho'_c = 89.10 \pm 0.05^\circ \end{array} \right.$$

Par ces méthodes, on peut traiter n'importe quel problème d'orientation, quelle que soit la forme de la plaquette, et obtenir dans certains cas, non seulement la direction de la normale, mais également celle d'un des côtés de la lame.

Ces procédés de calcul et de mesure sont valables pour tous les cristaux. Il suffit de connaître les paramètres de la maille directe car on utilise le tenseur métrique dans les calculs.

Ce travail concerne tout particulièrement le quartz, un matériau extrêmement important par ses applications. La suite de ce travail sera consacrée entièrement à ce cristal.

II - PROBLÈME DU QUARTZ

Le quartz⁽⁵⁾ a été utilisé très tôt ; on l'emploie déjà dans la préhistoire pour fabriquer des outils, ensuite il sert à confectionner des objets décoratifs et des bijoux. Il n'est employé dans l'industrie, d'une manière importante, que depuis le début de ce siècle. En effet, c'est à cette époque que l'on réalise les premiers objets en verre de silice. Ce verre trouva rapidement de nombreuses applications grâce à ses propriétés remarquables : dureté, tenue aux températures élevées et aux chocs thermiques, isolant électrique, grande résistance à la corrosion, transparence au rayonnement électromagnétique et faible atténuation dans la propagation de la lumière cohérente.

Bien que les propriétés piézoélectriques du quartz soient connues depuis la fin du siècle dernier, ce n'est qu'à partir de 1939 que le quartz connaît un développement important sous sa forme cristalline⁽⁶⁾. Ses propriétés, ainsi que la possibilité de l'obtenir par synthèse hydrothermale, en on fait un matériau de choix pour l'industrie. On l'utilise dans les briquets, les tourne disques, les sonars ; mais c'est surtout dans les systèmes de mesure du temps et de contrôle de fréquence qu'il trouve ses applications les plus étonnantes. Grâce aux résonateurs à quartz, on réalise à l'heure actuelle, des horloges dont la stabilité atteint presque celle des horloges atomiques.

Lorsque la stabilité d'un oscillateur atteint 10^{-14} à 10^{-15} s à court terme, tous les paramètres doivent être pris en compte : température, accélération, précision de la forme géométrique et de l'orientation par rapport au réseau. C'est ainsi qu'en jouant sur l'anisotropie de ces propriétés, on réalise des thermomètres et des accéléromètres à quartz.

Les propriétés tensorielles sont définies en physique cristalline dans un repère orthonormé de position connue dans la maille du cristal. Elles dépendent de la direction d'observation du phénomène étudié, le simple problème de l'orientation devient alors fondamental. L'orientation d'une lame de quartz sera définie, dans la suite de ce travail, non pas de manière générale comme dans le chapitre I (par rapport aux directions des vecteurs de base du réseau), mais dans le repère orthonormé des physiciens que nous allons introduire.

II.1. DEFINITIONS DES REPERES DU QUARTZ

II.1.A. REPERE LIE AU RESEAU

Le quartz a pour symétrie l'hémiédrie énantiomorphe du système rhomboédrique : $A3, 3A2$. Il peut donc se présenter soit sous une forme droite, soit sous une forme gauche (figures 6 et 7).

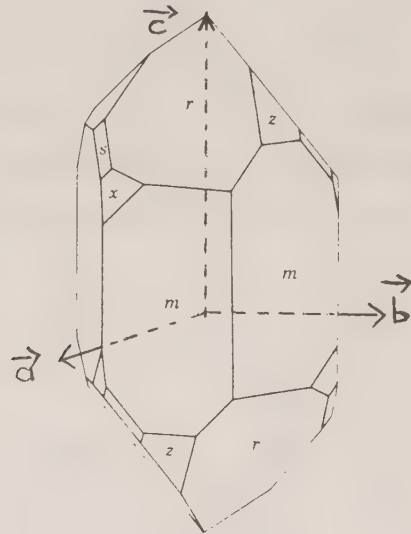
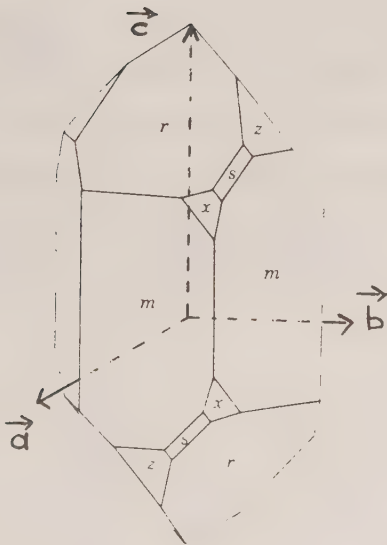
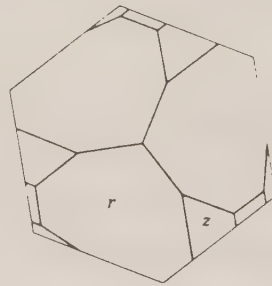
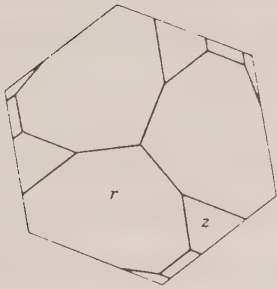


Fig. 6 Quartz droit

Fig. 7 Quartz gauche

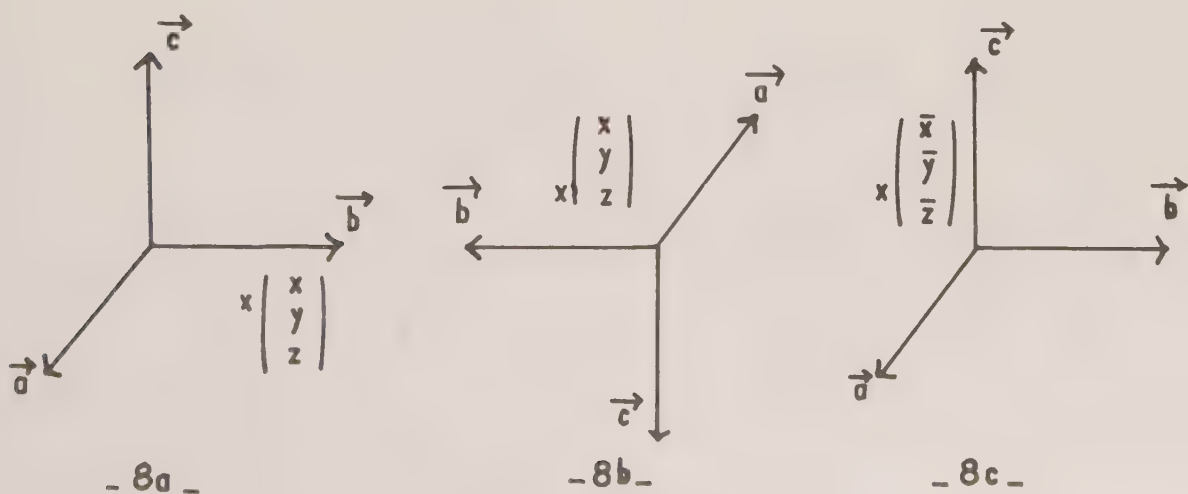
Le réseau est hexagonal : $\frac{A6}{M}, \frac{3A'2}{3M'}, \frac{3A''2}{3M''}, C$; c'est pourquoi on rencontre, pour ce cristal, 3 sortes de macles : la macle optique due au plan M, la macle électrique due à l'axe $A''2$ et la macle composée, engendrée par le centre de symétrie C et qui contient les deux macles précédentes.

La structure du quartz correspond à un assemblage de tétraèdres constitués par un atome central de silicium entouré de quatre atomes d'oxygène, chaque atome d'oxygène reliant deux atomes de silicium. Les positions des atomes sont décrites, suivant le caractère droit ou gauche du cristal, par les deux groupes d'espace $P3_12$ et $P3_22$.

De Vries⁽⁷⁾ a montré que le quartz gauche correspond au groupe $P3_11$. La lumière polarisée tourne à droite dans le sens de l'enroulement hélicoïdal de l'axe $A3_1$, cependant, elle est perçue, dans le cas d'une observation au microscope polarisant, comme déviée vers la gauche pour l'observateur qui la reçoit.

Les utilisateurs du quartz ont défini plusieurs conventions. Dans la dernière, celle de l'IRE de 1949⁽⁸⁾, on utilise le même trièdre droit pour représenter les deux types énantiomorphes de quartz, ce qui ultérieurement simplifiera certains problèmes de représentation dans l'espace.

Remarque : Pour passer de la forme droite à la forme gauche, on peut utiliser l'effet d'un miroir. Dans ce cas, un repère droit est associé au cristal droit et un repère gauche, au cristal gauche. Il est cependant préférable, de passer du cristal droit au cristal gauche, par une opération centre d'inversion, opération impropre comme une opération miroir et qui change le sens des trièdres.



- fig 8 -

On passe bien dans ce cas, d'un repère droit à un repère gauche. Cette opération a cependant conservé les directions des axes et si on en change le sens, on retrouve alors le repère droit initial. Ce qui fait qu'une position (x,y,z) dans le cristal droit (figure 8a), reste (x,y,z) dans le repère gauche (figure 8b), mais devient $(\bar{x},\bar{y},\bar{z})$ dans le repère droit associé au cristal gauche (figure 8c).

La même direction dans un quartz droit ou dans un quartz gauche sera ainsi décrite, au signe près, de la même façon.

II.1.B. REPERE ORTHONORME INTRODUIT PAR LES UTILISATEURS DU QUARTZ

Le repère orthonormé XYZ des utilisateurs de quartz, reste également droit, quelle que soit la forme de cristal. Ce repère (fig. 9) est défini de la manière suivante : les directions et les sens des axes X et Z sont respectivement identiques à ceux des vecteurs de base $\vec{a}$ et $\vec{c}$ de la maille. L'axe Y, perpendiculaire aux axes X et Z, coïncide avec le vecteur de base $\vec{b}^*$ de l'espace réciproque du quartz.

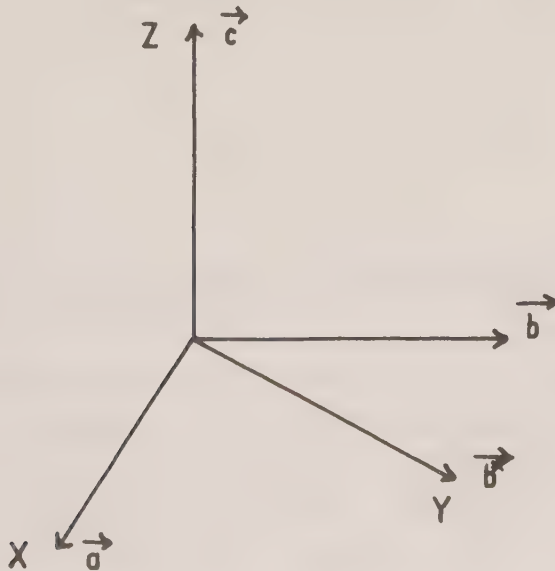


Fig. 9

En raison des propriétés physiques du quartz, on appelle également les axes XYZ, respectivement : axe électrique, axe mécanique et axe optique. Sur un barreau de quartz, l'axe Z correspond à l'allongement, l'axe X passe par les arêtes et l'axe Y par le milieu des faces (fig. 10). Il faut également noter, qu'en raison de l'axe ternaire, il y a trois positions équivalentes de l'axe X.

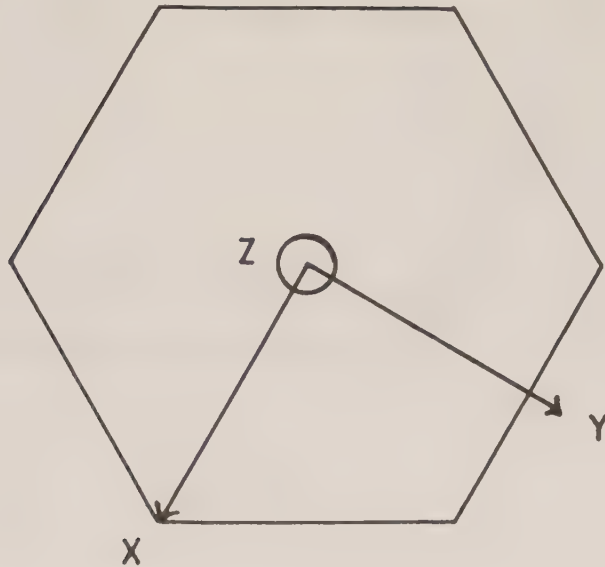


Fig. 10

II.2. DEFINITION DE LA COUPE DANS LE REPERE ORTHONORME

On ne cherche pas ici, à couper une lame, mais à introduire une convention. L'orientation d'une lame rectangulaire de quartz sera définie par une succession de cinq lettres et de trois nombres : les deux première lettres représentent la position initiale de la lame, les trois autres, les axes de rotation pour l'obtenir et les trois nombres, les amplitudes de ces rotations.

Ces rotations s'effectuent, dans le sens inverse des aiguilles d'une montre, autour de directions correspondant successivement à la largeur, la hauteur ou l'épaisseur de la lame.

On veut obtenir, dans l'espace, un parallélépipède rectangle dont les arêtes sont l , w et t (fig. 11) :

l : grande arête (length)

w : arête moyenne (width)

t : petite arête (thickness).

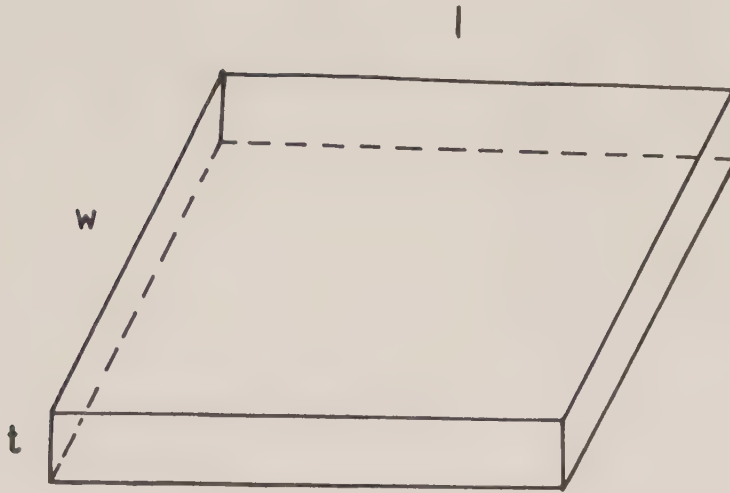


Fig. 11

On obtiendra ce volume, par une succession de rotations, à partir d'une position simple dans le repère XYZ. La position initiale de la lame dans ce repère est symbolisé par deux lettres. La première correspond à la normale géométrique et la deuxième au grand côté de la lame.

La figure 12 représente une lame (xy),

La figure 13 une lame (yx).

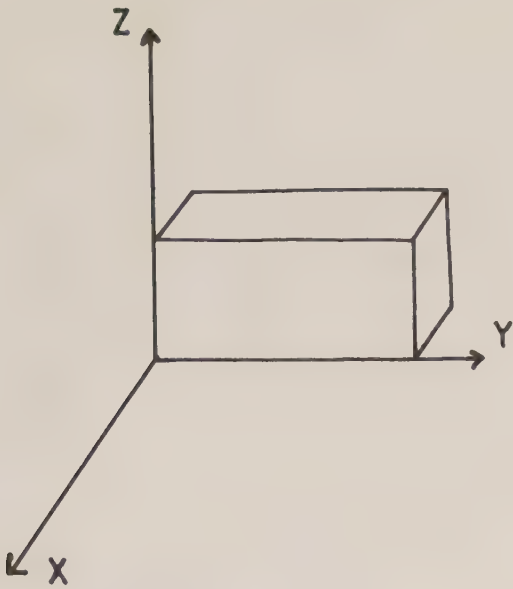


Fig. 12 - lame (xy)

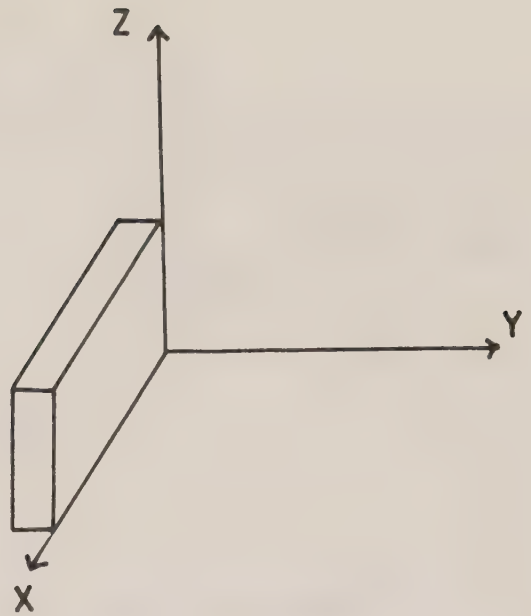


Fig. 13 - lame (yx)

Les lettres suivantes w , l ou t représentent l'ordre des rotations et les trois nombres définissent leur amplitude respective.

Nous utiliserons dans la suite de ce travail la convention $(yx \ wlt) \ \phi/\theta/\psi$. (Fig. 14 à 16).

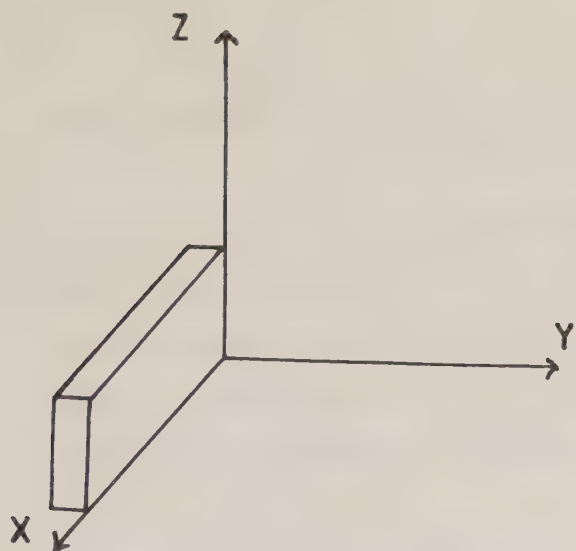


fig 14 (yx)

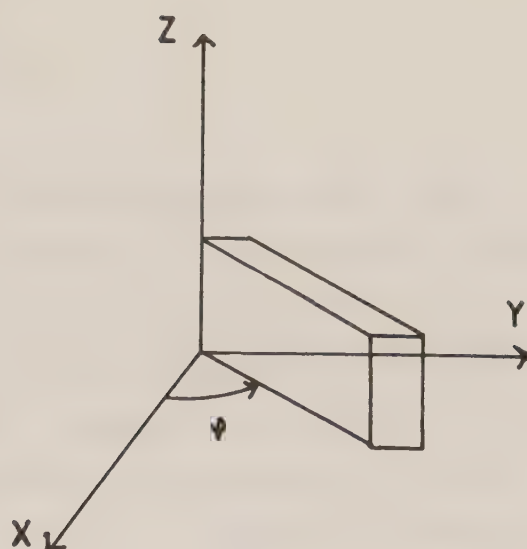


fig 15 (yxw) ψ

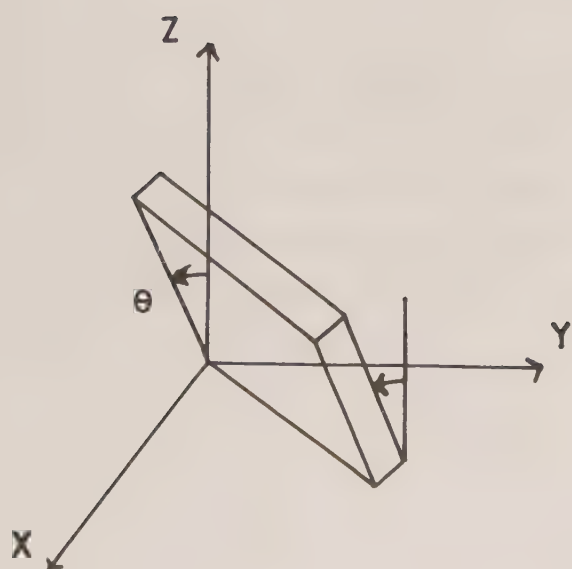


fig 16 (yxwl) ψ/θ

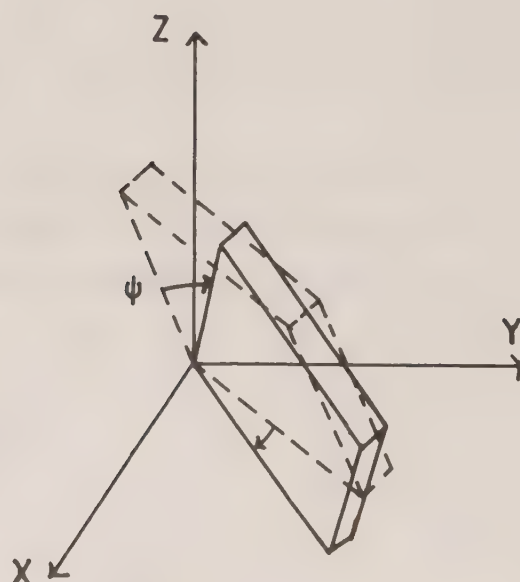


fig 17 (yxwlt) ψ/θ/ψ

Remarque : on ne se trouve pas toujours dans le cas général où il y a trois rotations, on parle alors de simple rotation ou de double rotation.

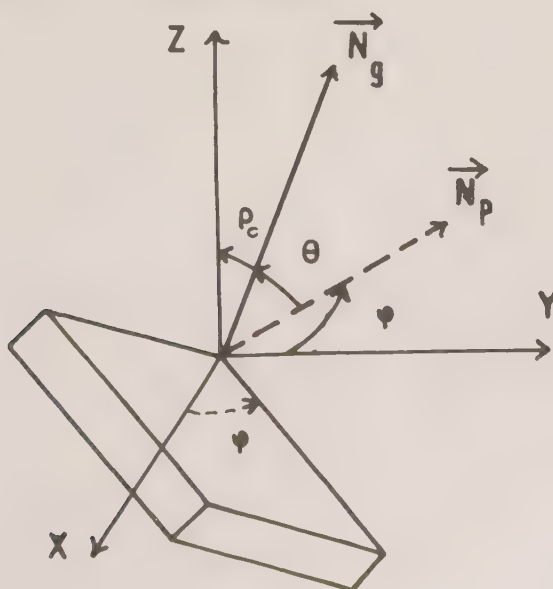
II.3. MESURES DE θ , ϕ ET DE ψ

Le calcul de l'orientation d'une lame monocristalline a été exposé, d'une manière générale, dans le chapitre I ; l'orientation complète d'une lame rectangulaire y était donnée par celle de l'orientation $\vec{N}_g$ et celle du grand côté $\vec{L}$ du rectangle. Ce calcul a été adapté au cas du quartz et à la convention (y x w l t) $\phi/\theta/\psi$, décrite précédemment. On retrouve, comme nous le verrons par la suite, que l'orientation complète doit être recherchée en deux étapes : dans la première, on calcule les angles ϕ et θ qui caractérisent l'orientation de $\vec{N}_g$, et dans la deuxième, on détermine l'angle ψ qui correspond à la rotation finale pour obtenir $\vec{L}$.

On remarque en effet (fig. 16 et 17) que la dernière rotation, d'angle ψ , autour de la direction de l'épaisseur, ne modifie pas l'orientation de la normale géométrique car la direction de $\vec{N}_g$ correspond à celle de l'épaisseur. L'orientation de la normale géométrique $\vec{N}_g$ est donc bien donnée par les angles ϕ et θ et celle du côté $\vec{L}$ par l'angle ψ .

II.3.A. CALCUL DE θ ET DE ϕ

Connaissant trois angles ρ on calculait, dans le chapitre I, les coordonnées x_1, x_2, x_3 de $\vec{N}_g$ dans le repère de la maille directe, les coordonnées y_1, y_2, y_3 de $\vec{N}_g$ dans l'espace réciproque et finalement les angles ρ_a, ρ_b et ρ_c .



- fig 18 -

Revenons à la convention (y x w l t) $\phi/\theta/\psi$ dont la dernière étape est illustrée par la figure 18.

La première rotation d'angle ϕ , autour d'un axe correspondant à la largeur w de la lame, amène, dans le plan XOY, la normale géométrique de sa position initiale, en $\vec{N}_p$. La deuxième rotation d'angle θ s'effectue autour de la direction $\vec{L}$, la normale se déplace alors de $\vec{N}_p$ à $\vec{N}_g$. On constate que $\vec{N}_p$ peut être considéré comme la projection de $\vec{N}_g$ sur XOY. L'angle ρ_c , de la méthode générale, est le complémentaire de θ :

$$\theta = (\vec{N}_p, \vec{N}_g) = \frac{\pi}{2} - \rho_c$$

L'incertitude sur θ sera donc identique à celle sur ρ_c .

La liaison entre les angles ρ_a , ρ_b , ρ_c et l'angle ϕ est moins évidente. L'angle ϕ peut être défini comme l'angle orienté $(\vec{OY}, \vec{N}_p)$. $\vec{OY}$ étant porté par $\vec{b}^*$, on aura :

$$\phi = (\vec{b}^*, \vec{N}_p)$$

Pour des raisons de commodité, nous calculerons ϕ à partir de $\vec{a}$, l'angle $(\vec{a}, \vec{b})$ étant égal à $\frac{\pi}{2}$, ϕ sera donné par :

$$\phi = (\vec{a}, \vec{N}_p) - \frac{\pi}{2}$$

Si les coordonnées de $\vec{N}_g$ sont (y_1, y_2, y_3) dans l'espace réciproque celles de $\vec{N}_p$ seront dans le même espace :

$$\vec{N}_p = \begin{pmatrix} y_1 \\ y_2 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Le produit scalaire $\vec{a} \cdot \vec{N}_p$ permet de calculer ϕ par :

$$\vec{a} \cdot \vec{N}_p = a \cdot |\vec{N}_p| \cos(\vec{a}, \vec{N}_p) = a |\vec{N}_p| \cos(\frac{\pi}{2} + \phi) = y_1$$

On obtient

$$\sin \phi = \frac{-y_1}{a |\vec{N}_p|}$$

On a alors :

$$d(\sin \phi) = \frac{-dy_1}{a |\vec{N}_p|}$$

$$\cos \phi \, d\phi = \frac{-dy_1}{a |\vec{N}_p|} \implies d\phi = \frac{-dy_1}{a |\vec{N}_p| \cos \phi}$$

L'incertitude y'_1 sur y_1 , déterminée dans le chapitre I permettra de calculer l'incertitude sur ϕ :

$$\Delta \phi = \frac{y'_1}{|\vec{N}_p| \, a \cos \phi} \cdot \Delta \rho$$

Remarques :

$\vec{N}_p$ étant la projection de $\vec{N}_g$ dans le plan XOY, $|\vec{N}_p|$ est égal à $|\vec{N}_g| \cos \theta$; on constate alors que l'incertitude sur ϕ devient très importante lorsque θ tend vers $\frac{\pi}{2}$. Pour un angle θ supérieur à 85° , le facteur $1/|\vec{N}_p|$ est plus grand que 11.5. Il sera donc difficile de déterminer ϕ avec précision lorsque la normale géométrique est proche de $\vec{OZ}$. Il n'en est pas de même pour θ qui peut toujours être calculé avec une incertitude de l'ordre de $\Delta \rho$.

Les remarques faites au sujet de l'effet du repère et de la position de la normale sur $\Delta \rho_a$, $\Delta \rho_b$, $\Delta \rho_c$ restent valables pour le calcul des angles θ et ϕ . Il faut donc toujours être attentif au choix des vecteurs du repère expérimental.

Exemple

On a obtenu pour une lame les valeurs suivantes :

$$\rho_{01.6} = 44.31^\circ$$

$$\rho_{13.2} = 27.49^\circ$$

$$\rho_{14.2} = 10.70^\circ$$

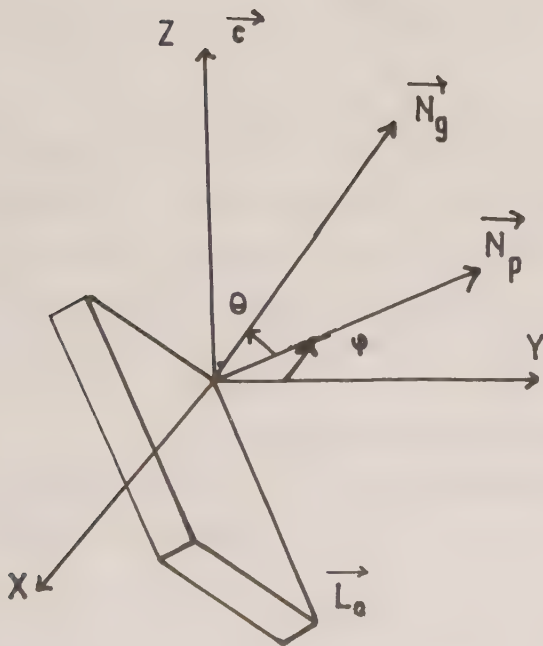
Les calculs donnent :

$$\theta = 34.23^\circ \quad \Delta\theta = 1.1 \Delta\rho$$

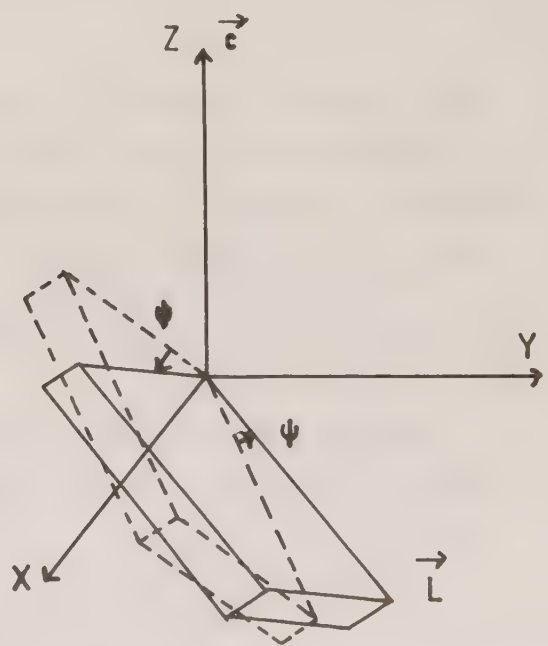
$$\phi = 15.21^\circ \quad \Delta\phi = 1.9 \Delta\rho$$

II.3.B. CALCUL DE ψ

Pour trouver la liaison entre ψ et la mesure de l'orientation du grand côté $\vec{L}$ (chapitre I), reprenons la définition de ψ . L'angle ψ est l'amplitude de la rotation autour de $\vec{N}_g$ qui fait passer, de (y x w l) ϕ/θ (fig. 19a), à la position finale (y x w l t) $\phi/\theta/\psi$ (fig. 19b).



19 a



19 b

Soit $O\vec{Z}'$ la projection de $O\vec{Z}$ dans le plan de la lame, $O\vec{Z}'$ est perpendiculaire à $\vec{L}_0$. La rotation d'angle ψ , pour obtenir le grand côté $\vec{L}$, s'effectue autour de $\vec{N}_g$. $\vec{N}_g$ étant perpendiculaire à $\vec{L}$ et à $O\vec{Z}'$, on aura :

$$(O\vec{Z}', \vec{L}) = (O\vec{Z}', \vec{L}_0) + \psi = \frac{\pi}{2} + \psi$$

On obtient donc :

$$\psi = (O\vec{Z}', \vec{L}) - \frac{\pi}{2}$$

On retrouve que l'angle $(O\vec{Z}', \vec{L})$ n'est autre que l'angle μ_C au sens de la définition du chapitre précédent, c'est-à-dire l'angle μ correspondant à un plan réflecteur perpendiculaire à $\vec{C}$. ψ peut donc s'écrire sous la forme :

$$\psi = \mu_C - \frac{\pi}{2}$$

Si on peut mesurer μ_C , on obtient directement le résultat. Par contre, si l'angle ρ_C est supérieur à l'angle de Bragg correspondant, la mesure de μ_C est impossible. On le détermine alors par un calcul utilisant la méthode générale. C'est-à-dire que l'on cherche premièrement l'orientation du côté $\vec{L}$. Ensuite, on calcule, par trigonométrie sphérique⁽⁹⁾, la position de la projection de $\vec{C}$ sur le plan de la lame, ce qui conduit à μ_C .

En considérant, sur une sphère de rayon unité centrée en O, les traces N_g, L, Z, Z' des directions $\vec{N}_g, \vec{L}, O\vec{Z}, O\vec{Z}'$ (fig. 20) on pourra calculer μ_C par :

$$\sin \frac{\pi}{2} \cos \rho'_C = \sin \theta \cos \frac{\pi}{2} + \sin \rho_C \cos \mu_C$$

(Formule de Stewart)

d'où

$$\cos \rho'_C = \sin \rho_C \cos \mu_C$$

ρ_C étant égal à $\frac{\pi}{2} - \theta$, on aura

$$\cos \mu_C = \frac{\cos \rho'_C}{\cos \theta}$$

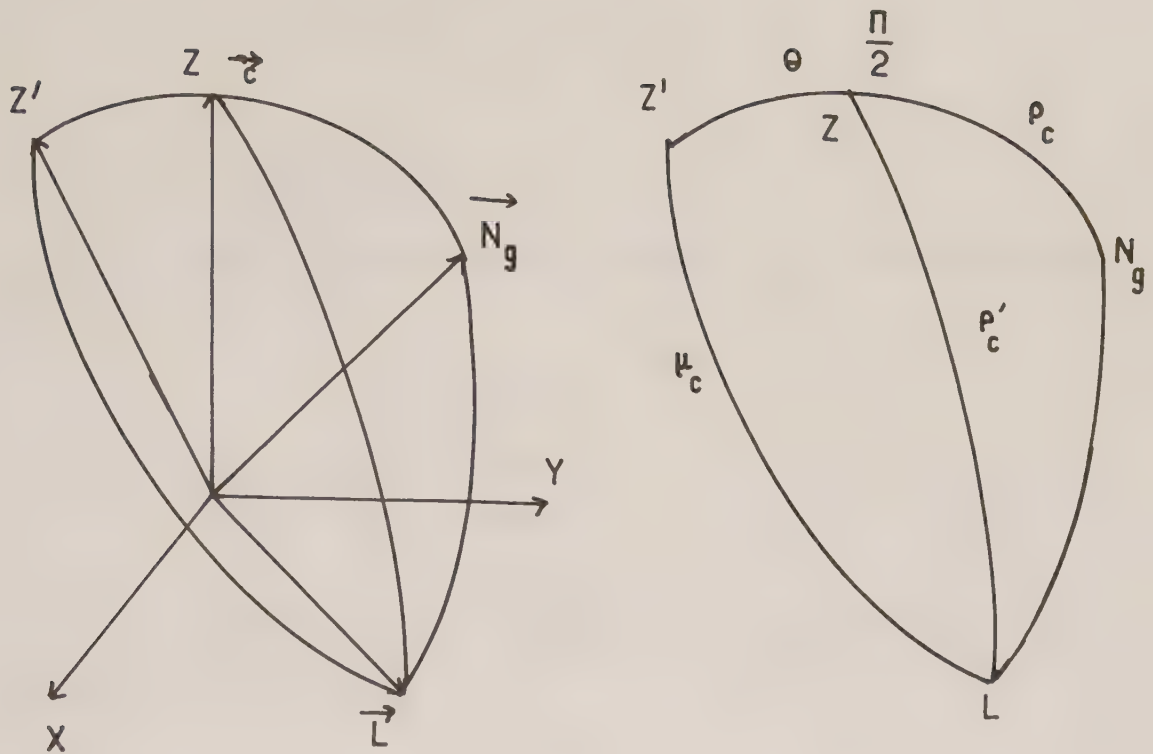


Fig. 20

Exemple

Dans cet exemple on présente, pour une même lame de quartz, les deux manières possibles de calculer l'angle ψ .

L'orientation de la lame est (y x w l) $8.70^\circ/62.61^\circ$. On a mesuré les angles μ suivants :

$$\mu_c = 38.36^\circ \quad \text{et} \quad \mu_{5 \ 3.4} = 338.75^\circ$$

a - Calcul direct

μ_c permet d'obtenir directement

$$\psi = 38.36^\circ - 90^\circ = - 51.64^\circ$$

b - Calcul général

On peut déterminer, grâce à l'angle $\mu_{53.4}$, l'orientation de $\vec{L}$, on obtient :

$$\rho'_a = 44.08^\circ$$

$$\rho'_b = 150.95^\circ$$

$$\rho'_c = 68.84^\circ$$

En appliquant $\cos \mu_c = \frac{\cos \rho'_c}{\cos \theta}$, on trouve $\mu_c = 38.31^\circ$, ce qui conduit à $\psi = - 51.69^\circ$.

La présentation d'une orientation sous la forme des angles ϕ , θ , ψ peut être étendue à tous les systèmes cristallins, à condition de fixer le repère orthonormé XYZ dans le repère de la maille. Mais le calcul des angles θ , ϕ , ψ devra être, dans certains cas, repris et modifié. La méthode présentée dans le chapitre I a toutefois le mérite de rester valable, quel que soit le cristal étudié.

III - EFFETS DE LA SYMÉTRIE DU MOTIF VIS À VIS DE CELLE DU RÉSEAU (SIGNE DE θ ET ϕ)

Nous avons vu, dans le chapitre précédent, que la différence de symétrie entre le motif et le réseau du quartz entraînait l'apparition de macles. Dans ce chapitre, nous allons étudier les problèmes qu'elles soulèvent pour l'orientation d'une lame.

III.1. POSITION DU PROBLEME

Nous avons défini, précédemment, l'orientation de la normale géométrique d'une lame par les angles θ et ϕ . Le calcul de ces angles utilisait les résultats obtenus par la méthode générale décrite dans le chapitre I. On mesurait les angles de type ρ liés à des plans réflecteurs ($hk.l$) ; cependant nous n'avons pas évoqué jusqu'ici le problème de la valeur des indices des plans réflecteurs utilisés. En effet, comment connaître, lors de la mesure d'un angle ρ , les indices du plan correspondant ?

On connaît l'angle de Bragg, indiqué par la position du détecteur, donc les distances à l'origine, des noeuds du réseau réciproque que l'on peut observer.

J.F. DARCES a proposé⁽²⁾ une méthode permettant d'attribuer les indices aux angles ρ mesurés. Cette méthode repose sur la constatation suivante : si lors d'une mesure d'orientation, les indices sont bien choisis, les angles ρ calculés à partir du résultat devront être égaux aux angles mesurés. Il attribue arbitrairement des indices à un des vecteurs du repère expérimental et ensuite, parmi les combinaisons possibles, il choisit celle qui permet de retrouver, par le calcul, les angles ρ mesurés.

Choisir arbitrairement les indices du premier vecteur du repère expérimental revient à considérer toutes les directions de diffraction comme équivalentes pour un angle de Bragg donné. Mais ceci n'est applicable qu'aux cristaux holoèdres.

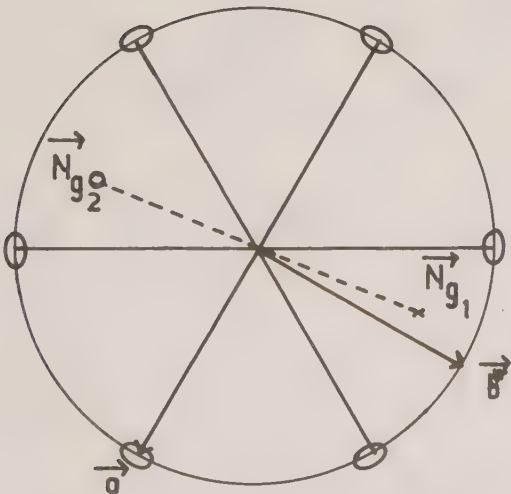
En effet, choisir les indices du premier vecteur de façon arbitraire revient à définir le sens des axes de la maille et ceci n'est justifié que si la symétrie du réseau est identique à celle du cristal.

Le quartz a la symétrie 32, tétrartoèdre de celle de son réseau hexagonal. On passe de l'une à l'autre par deux symétries binaires successives, par exemple un centre C, responsable de l'énantiomorphisme, et un plan de symétrie M passant par un axe A2. Ainsi, les indices du premier vecteur ne pourront pas être choisis de façon quelconque.

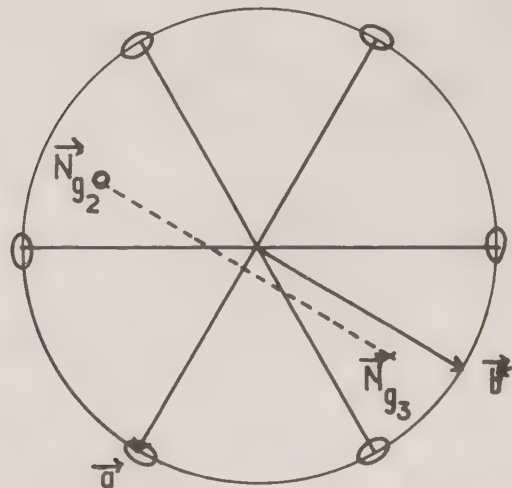
Nous raisonnerons, dans la suite de ce travail, directement sur les angles θ et ϕ . Dans la convention (y x w l t) $\phi/\theta/\psi$, l'angle θ est défini comme l'angle orienté entre la projection $\vec{N}_p$ de $\vec{N}_g$ dans le plan XoY et $\vec{N}_g$, ϕ comme l'angle $(\vec{b}^*, \vec{N}_p)$. Nous allons maintenant étudier les effets du centre C et du plan M sur les signes de θ et de ϕ .

a - Effet du centre C

Soit une lame (y x w l) ϕ/θ , nous appellerons $\vec{N}_{g_1}$ la normale géométrique de cette lame (fig. 21a).



- 21 a -



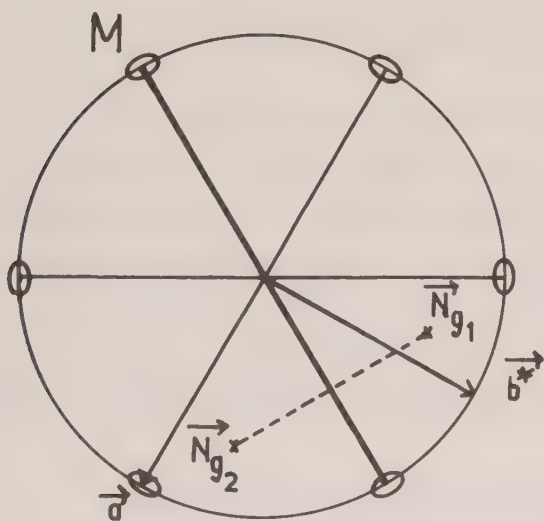
- 21 b -

- fig 21 -

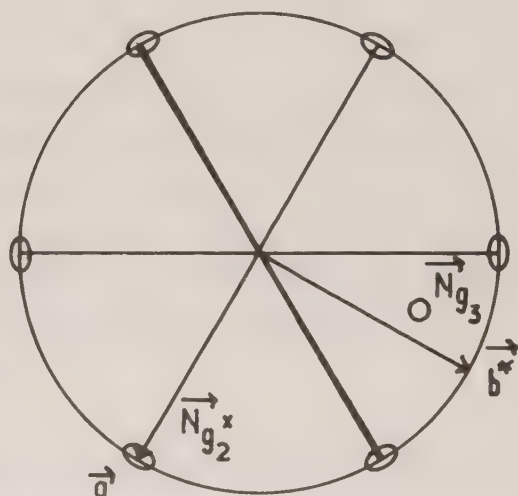
Le centre C amène $\vec{N}_{g_1}$ en position $\vec{N}_{g_2}$. Si nous appliquons alors l'axe binaire du quartz passant par $\vec{a}$, nous obtenons $\vec{N}_{g_3}$ (fig. 21b). On constate que l'effet du centre est de changer le signe de ϕ tout en conservant θ identique à lui-même.

b - Effet du plan M

Le plan M transforme $\vec{N}_{g_1}$ en $\vec{N}_{g_2}$ (fig. 22a). La rotation de π autour de l'axe A2 du quartz, bissecteur de $(\vec{a}, \vec{b})$, amène $\vec{N}_{g_2}$ en $\vec{N}_{g_3}$ (fig. 22b). L'effet du plan M est, tout en conservant ϕ , de changer θ en $-\theta$.



- 22 a -



- 22 b -

- fig 22 -

L'orientation obtenue en appliquant, pour le quartz, la méthode proposée par J.F. DARCES, ne permet pas de connaître les signes des angles θ et ϕ . En effet, M entraîne un changement du signe de θ et C celui du signe de ϕ .

A cette étape du problème, il faut remarquer que les mesures sont faites par diffraction des rayons X. Si on ne tient pas compte de la diffusion anormale, c'est-à-dire si l'on admet la loi de Friedel, on introduit un centre de symétrie et il deviendra impossible de distinguer une lame (θ, ϕ) d'une lame $(\theta, -\phi)$.

De plus, du fait de l'absence, dans le quartz, de plans de symétrie passant par les axes A2, on observe des différences entre $(hk.l)$ et $(kh.l)$. Ces deux plans auront des facteurs de structure différents, ils pourront ainsi être distingués par rayons X.

III.2. DETERMINATION DES SIGNES DE θ ET DE ϕ

III.2.A. SIGNE DE THETA

Les rapports des intensités de diffraction $I_{(hk.l)}/I_{(kh.l)}$ pour la radiation $K\alpha_1$ du cuivre, dans le cas du quartz, sont donnés en annexe II. On remarque dans ce tableau certaines familles de plans pour lesquels ce rapport est très grand : (10.3) ; (20.5) ; (30.1) ; (32.1) et d'autres pour lesquels il est très petit : (10.6) ; (20.4) ; (50.2) ; (21.4). Pour ces familles, un des plans aura une forte intensité de diffraction et l'autre une faible intensité de diffraction.

Deux solutions sont alors possibles pour déterminer le signe de θ .

On peut utiliser, comme premier vecteur du repère expérimental, un de ceux tels que le rapport des intensités de diffraction $I_{(hk.l)}/I_{(kh.l)}$ soit très différent de 1. Le signe de θ est alors déterminé directement lors du calcul de l'orientation, il suffit d'attribuer comme indices ceux du plan ayant le grand facteur de structure. Mais dans la plupart des cas, cette méthode est trop contraignante au niveau du choix du repère expérimental.

Nous avons préféré utiliser une méthode plus souple pour déterminer le signe de θ . Après avoir déterminé, au signe près, l'orientation de la lame, on prévoit par le calcul, en supposant θ positif, les positions sur le goniomètre des pics correspondant à un rapport $I_{(hk.l)}/I_{(kh.l)}$ très différent de 1. Il suffit alors de vérifier l'exactitude de l'hypothèse :

si le grand pic est à la place prévue, θ sera positif, dans le cas contraire, il sera négatif.

Exemples :

Lames	1	2	3	4
$ \theta $	51.22°	61.14°	73.73°	35.44°
$ \phi $	19.91°	3.21°	15.02°	0.02°
Rapport des intensités de diffraction	$\frac{I(\bar{1}1.6)}{I(01.6)} = 0.005$	$\frac{I(\bar{1}1.3)}{I(01.3)} = 76$	$\frac{I(\bar{2}3.4)}{I(12.4)} = 0.04$	$\frac{I(32.1)}{I(23.1)} = 68.3$
Situation prévue				
1er pic	88.73°(F)	33.74°(f)	75.98°(F)	86.31°(f)
2e pic	91.41°(f)	55.22°(F)	74.34°(f)	95.01°(F)
Situation observée				
1er pic	F	F	f	f
2e pic	f	f	F	F
Signe de θ	+	-	-	+

III.2.B. SIGNE DE Φ

Nous avons vu que le signe de ϕ ne peut être déterminé si on estime que le cristal obéit à la loi de Friedel. Or, le phénomène de diffusion anormale introduit des exceptions à celle-ci⁽¹⁰⁾, on peut donc espérer par ce moyen obtenir le signe de ϕ .

Les électrons de certains atomes entrent en résonnance avec la radiation incidente, ce qui introduit un terme complexe dans le facteur de diffusion atomique : $f = a + ib$. Cet effet est d'autant plus grand que le numéro atomique de l'atome est plus élevé. Dans le cas du quartz, le silicium présente un faible terme de diffusion anormale pour la radiation $K\alpha$ du cuivre. Cet effet est cependant mesurable, comme le montre le tableau des rapports $I_{(hk.l)}/I_{(\bar{h}\bar{k}.\bar{l})}$ des intensités de diffraction (annexe III).

La méthode utilisée pour déterminer le signe de ϕ est très semblable à celle présentée pour obtenir celui de θ . Connaissant le signe de θ , on fait une hypothèse sur celui de ϕ et on cherche ensuite à vérifier cette hypothèse. On suppose, par exemple, que l'on observe le plan $(hk.l)$; en retournant la lame face pour face, on observera, dans les mêmes conditions, le plan $(\bar{h}\bar{k}.\bar{l})$ et on vérifie que le rapport des intensités de diffraction mesurées correspond à l'hypothèse.

Remarque 1 : En retournant la lame face pour face, les conditions d'observation des plans $(hk.l)$ et $(\bar{h}\bar{k}.\bar{l})$ restent les mêmes. Il n'y a donc pas de corrections à faire comme on aurait été amené à en introduire si on avait cherché à observer, sur la face avant, un plan correspondant à $(\bar{h}\bar{k}.\bar{l})$.

Remarque 2 : Pour la détermination du signe de θ , nous avons estimé inutile d'introduire des corrections sur les intensités observées. En effet, il s'agissait uniquement de lever une ambiguïté et non de faire des mesures quantitatives. La seule précaution à prendre est de choisir deux plans $(hk.l)$ et $(kh.l)$ tels que le rapport de leur intensité soit très important.

EXEMPLES

Pour illustrer ces résultats, nous avons taillé des lames, dans des quartz droits ou gauches, sans perdre le renseignement sur le sens des axes. Nous avons retrouvé par RX les signes prévus.

Il est très important de connaître le caractère droit ou gauche du quartz utilisé. En effet, dans la convention de l'IRE, on passe de la forme droite à la forme gauche par un centre, ce qui a pour effet d'inverser les termes du tableau donné en annexe III.

Lame	1	2	3	4	5	6
Quartz	gauche	droit	droit	gauche	gauche	droit
θ	$+51.51^\circ$	-73.73°	$+46.17^\circ$	$+33.89^\circ$	0.01^*	0.01^*
$ \phi $	10.71°	15.02°	18.57°	21.84°	29.97°	29.97°
Plan	21.4	$\bar{1}3.\bar{4}$	$\bar{2}3.4$	$\bar{1}2.1$	$\bar{1}3.0$	$\bar{1}3.0$
Rapport attendu	0.829	0.829	0.829	0.850	0.821	1.218
Rapport observé	1.21	1.25	0.79	0.87	0.79	0.78
Signe de ϕ	-	-	+	+	+	-

* Ces lames correspondent à ce que l'on appelle des coupes X avec $\theta = 0^\circ$ et $\phi = 30^\circ$. Les normales géométriques sont théoriquement confondues avec l'axe A2 comme nous le verrons dans le chapitre IV. Il est difficile, dans ce cas, d'attribuer un signe à θ car les pics se superposent. A la limite, ceci est sans importance si on a une vraie coupe X.

Nous avons montré qu'il était possible de déterminer les signes des angles θ et ϕ d'une lame d'orientation quelconque, à condition de connaître la forme énantiomère du quartz utilisé. Diverses méthodes, telles que l'analyse entre polariseurs et les figures de corrosion, permettent de déterminer le caractère droit ou gauche du cristal utilisé.

Comme nous l'avons vu, l'application d'un centre de symétrie change, simplement, le signe de ϕ . Cette opération, appliquée à la normale géométrique, en change le sens, ce qui revient à retourner la lame. En conséquence, le signe de ϕ présente peu d'intérêt dans le cas des résonateurs à ondes de volume, sauf si on cherche à éviter les effets de l'accélération qui privilégie un sens sur le résonateur. Cette distinction devrait rester utile pour les résonateurs à ondes de surface.

Le problème du signe de ψ n'a pas été évoqué dans ce chapitre. L'orientation de $\vec{N}_g$ étant connue, il est déterminé directement, lors du calcul, par les indices attribués aux angles mesurés.

IV - EFFET DE LA SYMÉTRIE SUR NOS CONDITIONS D'OBSERVATION PAR RAYONS X

Dans le chapitre précédent, nous avons étudié les effets, sur l'orientation, de la différence de symétrie entre le cristal et son réseau. Nous allons traiter, maintenant, des effets de la symétrie sur les conditions d'observation lorsqu'on utilise les appareils mis au point au laboratoire.

La relation $\omega = \theta_B - \rho$, où θ_B est l'angle de Bragg, ρ , l'angle entre la normale au plan réflecteur correspondant et $\vec{N}_g$, permet de déterminer la position de diffraction ω du porte-échantillon. Plusieurs couples (θ_B, ρ) peuvent vérifier cette relation pour une même position ω . Cependant, si on choisit un angle de Bragg θ_B en plaçant le détecteur dans la position $2\theta_B$, il ne reste plus qu'une seule possibilité pour ρ . La situation la plus simple est de n'avoir qu'un seul plan correspondant à cette valeur. Malheureusement, il se peut que plusieurs plans correspondent au même angle ρ .

C'est ce qu'on observe si $\vec{N}_g$ est dans le plan médiateur de 2 directions $(h_1 k_1 l_1)$ et $(h_2 k_2 l_2)$. Le plus souvent, ce plan est un plan de symétrie du réseau. On s'en aperçoit par le fait que cette propriété est valable pour tous les noeuds observables sauf pour ceux qui sont contenus dans le plan de symétrie.

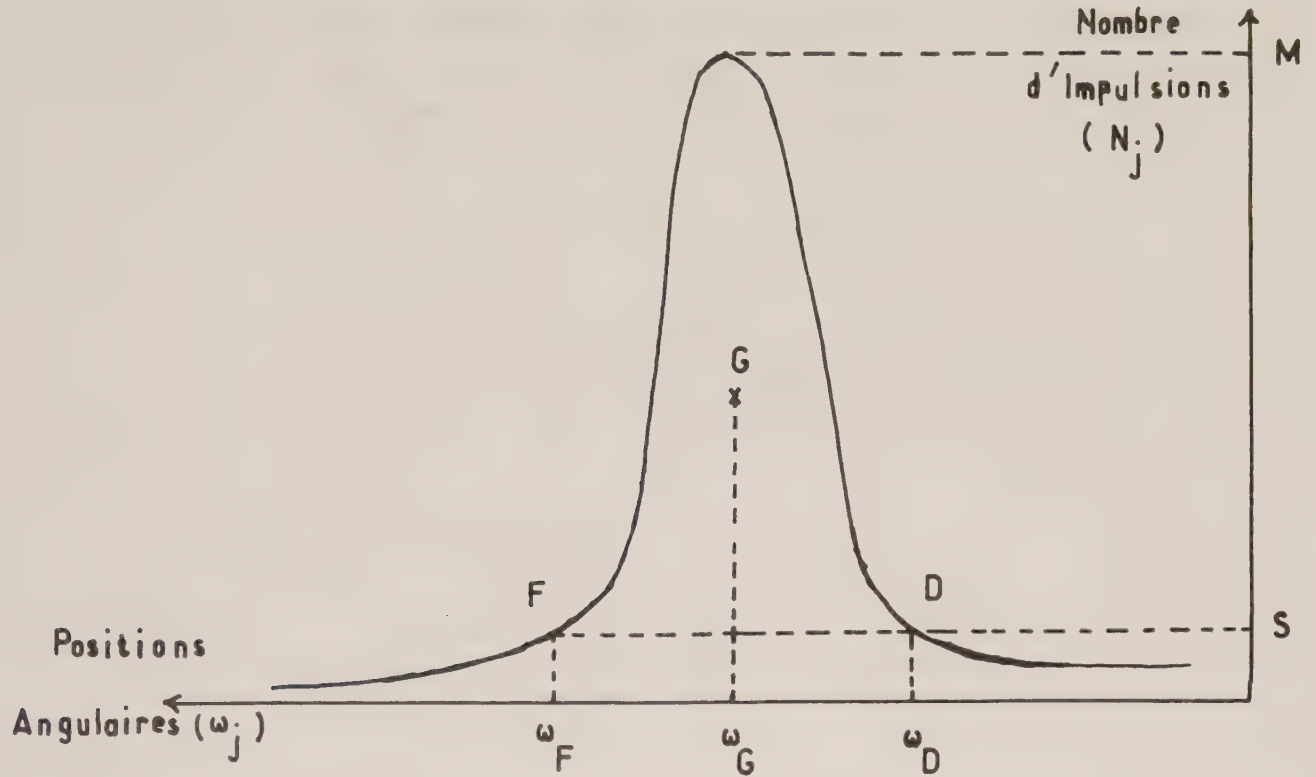
Si les angles ρ sont très voisins, $\vec{N}_g$ est proche du plan que l'on vient de définir. Il est alors difficile de déterminer la position de chaque pic. Si $\vec{N}_g$ est dans un plan de symétrie ou proche de celui-ci, il n'y a pas de solution simple, tandis que dans l'autre cas, il suffit de choisir un autre noeud.

Nous examinerons successivement, dans le cas du quartz, les effets des différents éléments de symétrie du réseau ($\frac{A6}{M} \frac{3A'}{3M} \frac{3A''}{3M} C$). Chaque cas sera illustré par l'étude des lames caractéristiques. Dans un premier temps, nous allons présenter le cas simple d'un pic isolé.

IV.1. ETUDE D'UN PIC

L'observation des pics est prise en charge par l'ordinateur. Il met en mémoire, pour chaque position angulaire ω_j , le nombre d'impulsions

N_j reçues pendant un intervalle de temps t choisi à l'avance. Pour éliminer le bruit de fond, on introduit un seuil S qui permet de déterminer l'entrée D et la sortie F du pic (fig. 23).



- fig 23 -

On suppose que pour déterminer la position du pic, il suffit de déterminer celle de son centre de gravité :

$$\omega_G = \frac{\sum_{j=d}^f (\omega_j \times N_j)}{\sum_{j=d}^f N_j}$$

Pour mieux décrire le pic, nous allons l'assimiler à une fonction de Lorentz de paramètre K . Si M est le maximum du pic, on aura :

$$N_j = \frac{MK^2}{K^2 + (\omega_j - \omega_G)^2}$$

Calcul de M et de K

On pourrait prendre, comme maximum du pic, le plus grand nombre d'impulsions reçues pendant t. Mais comme ce nombre est du à un comptage statistique auquel s'ajoute ici l'effet de la rotation du plateau, il est préférable de le déterminer à partir d'une intégration sur tout le pic.

Soit S_{df} la surface du pic, on a :

$$S_{df} = \int_{\omega_d}^{\omega_f} \frac{MK^2}{K^2 + (\omega_j - \omega_G)^2} d\omega_j$$

Si on pose $b = \omega_j - \omega_G$, on aura :

$$S_{df} = MK^2 \int_{\omega_d - \omega_G}^{\omega_f - \omega_G} \frac{db}{K^2 + b^2} = \frac{MK^2}{K} \left(\text{arc tg } \frac{b}{K} \right)_{\omega_d - \omega_G}^{\omega_f - \omega_G}$$

Soit :

$$S_{df} = MK \left(\text{arc tg } \frac{\omega_f - \omega_G}{K} - \text{arc tg } \frac{\omega_d - \omega_G}{K} \right)$$

Expérimentalement on a :

$$S_{df \text{ exp}} = \sum_{j=d+1}^f (\omega_j - \omega_{j-1}) \times N_j$$

Cette valeur, calculée par l'ordinateur au cours du relevé du pic, est attribuée à S_{df} .

Nous obtenons finalement :

$$M = \frac{S_{df} \exp}{K(\arctan \frac{\omega_f - \omega_G}{K} - \arctan \frac{\omega_d - \omega_G}{K})}$$

Le maximum M , calculé de cette manière, est une fonction de K . Par la méthode des moindres carrés, en minimisant l'expression :

$$E(K) = \sum_{j=d}^f (N_j \text{ observé} - \frac{MK^2}{K^2 + (\omega_j - \omega_G)^2})^2$$

on détermine alors simultanément M et K .

Ce calcul nous permet donc de connaître la forme de la fonction de Lorentz la plus proche du pic observé ; cette fonction est caractérisée par la valeur du paramètre K .

Exemples

Les résultats présentés ci-dessous ont été observés dans des conditions expérimentales identiques (fentes d'entrée et de sortie du faisceau, alimentation stabilisée). Ces résultats ont été obtenus sur les lames suivantes :

$$\text{lame 1} \quad \begin{cases} \theta = 35.18^\circ \\ \phi = 0.96^\circ \end{cases}$$

$$\text{lame 2} \quad \begin{cases} \theta = 35.33^\circ \\ \phi = 0.41^\circ \end{cases}$$

$$\text{lame 3} \quad \begin{cases} \theta = 34.34^\circ \\ \phi = 14.85^\circ \end{cases}$$

Les lames 1 et 2 ont des orientations très voisines, la lame 3 diffère des autres par son angle ϕ . Le tableau IV.1. montre que, sur une même lame, des plans différents ont des paramètres K différents. Les tableaux IV.2 et IV.3 montrent que, pour des plans identiques, si des lames d'orientations différentes ont des paramètres K différents (tableau IV.2), des lames d'orientations voisines auront les mêmes paramètres (tableau IV.3).

* plan	03.3	04.3	13.4	14.3	24.0	23.4
K en °	0.102	0.089	0.091	0.102	0.108	0.115

Tableau IV.1 - Influence du plan sur K (lame 1).

* hk.l lame	13.4	23.4
1	0.091°	0.115°
3	0.084°	0.097°

Tableau IV.2 - Valeurs de K pour des lames d'orientations différentes.

* hk.l lame	13.4	14.3
1	0.091°	0.102°
2	0.092°	0.104°

Tableau IV.3 - Valeurs de K pour des lames d'orientations voisines

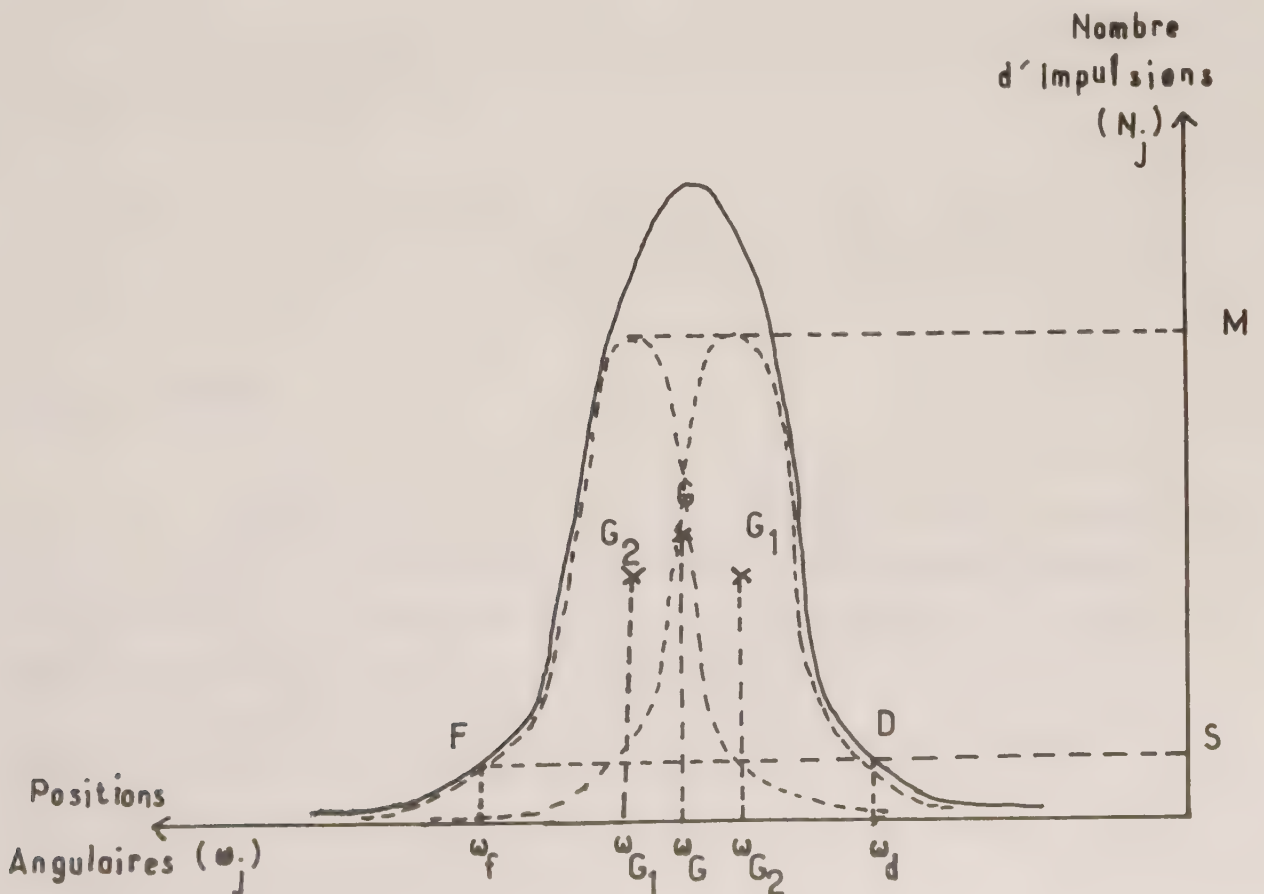
* l'écart-type associé aux mesures de K est de l'ordre de 0.002°

Ainsi, la fonction de Lorentz, déterminée sur une lame, pourra être utilisée, pour un plan donné, sur une lame d'orientation voisine.

IV.2. EFFET D'UN MIROIR PERPENDICULAIRE A UN AXE A2

Comme nous l'avons vu, lorsque la normale géométrique est proche d'un miroir, les pics de diffraction des plans symétriques sont plus ou moins superposés. On observe alors une figure de diffraction sous forme de doublets.

Si on admet la loi de Friedel, les plans perpendiculaires aux axes A2 peuvent être considérés comme des éléments de symétrie pour la diffraction. Les pics de diffraction de chaque doublet seront alors identiques. La figure de diffraction observée sera semblable à celle montrée figure 24, le cas montré par cette figure est le plus défavorable puisque les deux pics ne sont pas visibles sur l'enregistrement.



- fig 24 -

On observe la somme des effets de chacun des pics et on ne peut déterminer que la position ω_G du centre de gravité du doublet. Seul le calcul permettra de déterminer les positions ω_{G_1} et ω_{G_2} des centres de gravité des deux pics. Ce calcul sera fait sans tenir compte de l'élargissement du pic résultant.

IV.2.A. RESOLUTION D'UN DOUBLET

Les pics étant identiques pour une raison de symétrie, on les assimile à des fonctions de Lorentz de même paramètre K et de même maximum M.

Soit $l = \omega_G - \omega_{G_1}$, pour des raisons de symétrie, on a :

$$\omega_{G_2} - \omega_G = \omega_G - \omega_{G_1} = l$$

Le nombre d'impulsions N_j reçues en ω_j , pendant l'intervalle de temps t sera donc égal à :

$$N_j = MK^2 \left| \frac{1}{K^2 + (\omega_j - \omega_G - l)^2} + \frac{1}{K^2 + (\omega_j - \omega_G + l)^2} \right|$$

Calcul du maximum

Il serait possible d'utiliser un algorithme qui calcule directement M et K, cependant comme nous travaillons en temps réel avec un ordinateur de petite taille, nous avons préféré apporter la simplification suivante. On suppose que K a été déterminé sur une lame d'orientation voisine comme nous permettent de le dire les remarques précédentes.

Connaissant la "surface expérimentale" d'un pic (1/2 surface mesurée), on tire, de l'intégrale de la fonction de Lorentz, la valeur du maximum.

Calcul de l

On peut alors calculer l, par la méthode des moindres carrés, en minimisant l'expression :

$$E(l) = \sum_{j=d}^f \{N_j \text{ observé}^{-MK^2} \left| \frac{1}{K^2 + (\omega_j - \omega_G - l)^2} + \frac{1}{K^2 + (\omega_j - \omega_G + l)^2} \right|^2\}$$

A partir de l et de la position ω_G du centre de gravité du doublet, on obtient les positions des deux pics par :

$$\omega_{G1} = \omega_G - l$$

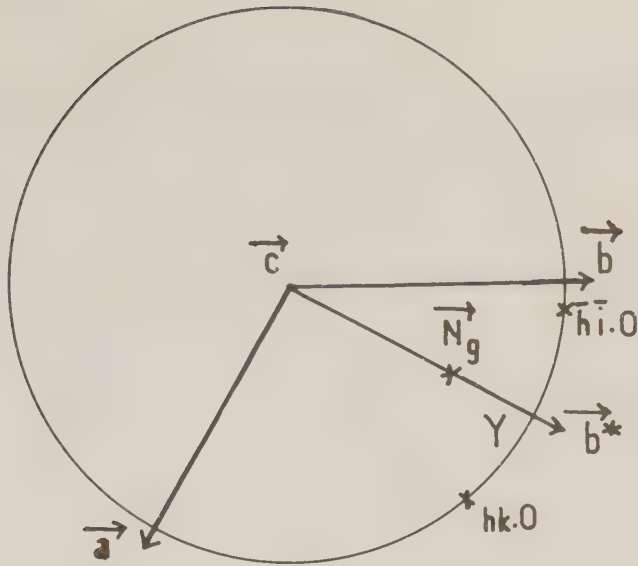
$$\omega_{G2} = \omega_G + l$$

IV.2.B. COUPES AT

C'est le plus bel exemple de ce que nous venons d'évoquer. Les coupes AT sont des lames (y x w l) $0^\circ/35.32^\circ$, leur normale est donc théoriquement située dans le plan passant par $\vec{c}$ et $\vec{b}^*$ (figure 25). Mais notre expérience nous montre qu'elles sont le plus souvent mal coupées et que l'on observe des doublets. Ceci nous a conduit à développer, pour ces lames, une méthode de calcul des angles θ et ϕ à partir de deux angles de type ρ .

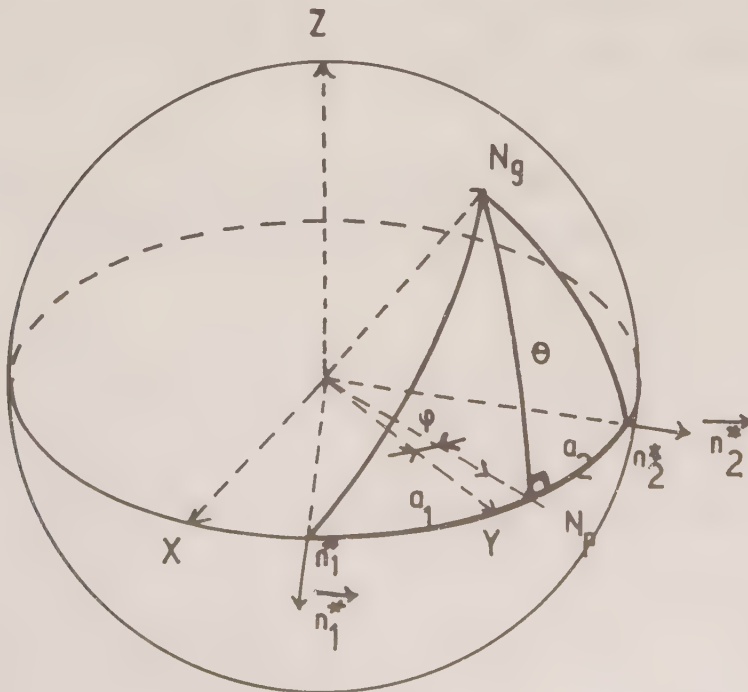
a - Calcul des angles θ et ϕ

On choisit, comme plans réflecteurs, deux plans d'indices (hk.0) et ($\bar{h}\bar{k}.0$). Ils sont symétriques par rapport au plan ($\vec{c}$, $\vec{b}^*$) comme le montre la figure 25.



- fig 25 - (Projection Stéréographique) -

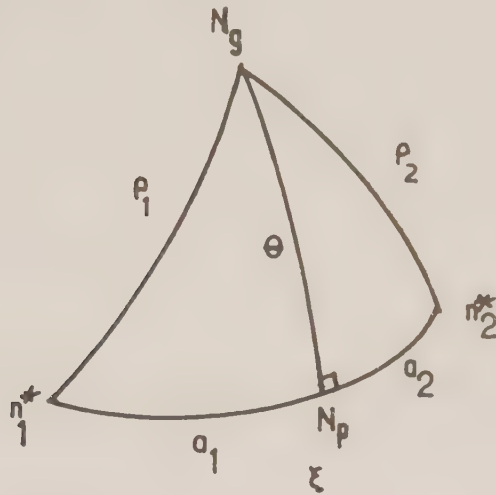
Soient $\vec{n}_1^*$, $\vec{n}_2^*$, les normales à ces deux plans réflecteurs et ρ_1 , ρ_2 les angles ρ correspondants. Considérons une sphère de rayon unité centrée en 0 ; $\vec{n}_1^*$ et $\vec{n}_2^*$ définissent le plan équatorial, $\vec{N}_g$ et sa projection $\vec{N}_p$, dans le plan XOY, définissent un plan méridien (fig. 26a).



- fig 26a -

Remarque : $\vec{N}_p$ devrait être confondue avec $\vec{OY}$ si la lame était bien taillée, en effet, dans ce cas, ϕ serait égal à 0.

Reportons en 26 b, le triangle sphérique (n_1^*, n_2^*, N_g) .



— fig 26b —

Soit ξ l'angle $(\vec{n}_1^*, \vec{n}_2^*)$, on peut le calculer à priori. Soient a_1 et a_2 les angles $(\vec{n}_1^*, \vec{N}_p)$ et $(\vec{N}_p, \vec{n}_2^*)$, leur somme est égale à ξ .

Les angles ρ_1 et ρ_2 sont des angles mesurés. On va donc pouvoir calculer, par trigonométrie sphérique⁽⁹⁾, les angles θ , a_1 et a_2 .

On a :

$$\cos \rho_1 = \cos \theta \cos a_1 \quad \text{et} \quad \cos \rho_2 = \cos \theta \cos a_2$$

$$a_2 = \xi - a_1 \quad \cos \rho_2 = \cos \theta \cos(\xi - a_1) = \cos \theta (\cos \xi \cos a_1 + \sin \xi \sin a_1)$$

mais $\cos a_1 = \frac{\cos \rho_1}{\cos \theta}$ d'où :

$$\cos \rho_2 = \cos \theta \left(\cos \xi \frac{\cos \rho_1}{\cos \theta} + \sin \xi \sqrt{1 - \frac{\cos^2 \rho_1}{\cos^2 \theta}} \right)$$

$$\cos \rho_2 = \cos \xi \cos \rho_1 + \sin \xi \sqrt{\cos^2 \theta - \cos^2 \rho_1}$$

$$\begin{aligned} \cos^2 \rho_2 + \cos^2 \xi \cos^2 \rho_1 - 2 \cos \xi \cos \rho_1 \cos \rho_2 = \\ \sin^2 \xi (\cos^2 \theta - \cos^2 \rho_1) \end{aligned}$$

On obtient finalement :

$$\cos \theta = \frac{1}{\sin \xi} \cos^2 \rho_1 + \cos^2 \rho_2 - 2 \cos \xi \cos \rho_1 \cos \rho_2$$

Connaissant θ , on tire a_1 de la relation :

$$\cos a_1 = \frac{\cos \rho_1}{\cos \theta}$$

Comme ϕ est l'angle $(\vec{b}^*, \vec{N}_p)$ et a_1 , l'angle $(\vec{n}_1^*, \vec{N}_p)$, on aura :

$$\phi = a_1 - (\vec{n}_1^*, \vec{b}^*)$$

$(\vec{n}_1^*, \vec{b}^*)$ est égal à $\xi/2$, d'où :

$$\phi = a_1 - \xi/2$$

Cette méthode rapide a l'avantage de ne nécessiter que des calculs simples et d'être indépendante des paramètres du cristal.

b - Calcul d'incertitude

On montre (annexe IV) que :

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta\theta = \frac{\operatorname{tg} \rho}{\operatorname{tg} \theta} \times \Delta\rho \\ \Delta\phi = \frac{\operatorname{tg} \rho}{\operatorname{tg} \xi/2} \times \Delta\rho \end{array} \right.$$

Parmi les plans possibles, les plus intéressants sont les plans (33.0) et ($\bar{3}$ 6.0). Ils donnent comme incertitudes :

$$\text{et } \left\{ \begin{array}{l} \Delta\theta = 1.4 \Delta\rho \\ \Delta\phi = 1.7 \Delta\rho \end{array} \right.$$

c - Exemples

Le calcul de l'écartement des pics est fait en prenant 0.103° comme valeur de K pour la fonction de Lorentz.

Lames	$\rho_{33.0}$	$\rho_{36.0}$	θ	ϕ
1	45.13°	45.12°	35.44°	0.02°
2	45.24°	45.04°	35.46°	0.17°
3	45.20°	45.06°	35.45°	0.12°
4	45.18°	45.10°	35.46°	0.07°
5	45.28°	44.99°	35.45°	0.26°

Les trois dernières lames ont encore été étudiées de deux autres façons différentes. Premièrement, nous avons utilisé la même méthode mais en utilisant comme plans réflecteurs, les plans (24.0) et (26.0).

Lames	$\rho_{24.0}$	$\rho_{26.0}$	θ	ϕ
3	39.72°	39.62°	35.45°	0.12°
4	39.71°	39.64°	35.46°	0.08°
5	39.77°	39.56°	35.45°	0.25°

Deuxièmement, nous avons utilisé la méthode présentée dans le chapitre II. Nous avons mesuré six angles de type ρ pour chaque lame. Les moyennes obtenues en utilisant les valeurs calculées dans les "bons" repères donnent le tableau suivant.

Lames	θ	ϕ
3	35.45°	0.13°
4	35.45°	0.08°
5	35.45°	0.26°

Il semblerait, qu'au niveau des résultats, les trois méthodes soient équivalentes. Mais un point de vue pratique, lié à la rapidité des mesures, nous fait choisir la première car elle permet de trouver la solution à l'aide d'un seul doublet. Dans ce cas, la méthode est utilisable pour des contrôles de grandes séries.

Le signe de θ peut être déterminé par la méthode présentée dans le chapitre III mais la présence du plan de symétrie rend difficile la détermination de celui de ϕ .

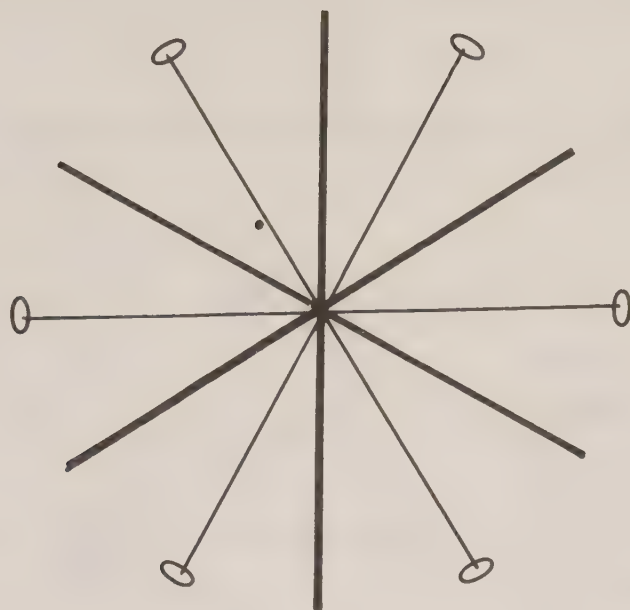
IV.3. EFFET D'UN AXE A2

Comme pour un miroir, un axe A2 entraîne l'apparition de doublets lorsque la normale géométrique de la lame étudiée est proche de cet élément de symétrie. Malheureusement, cette situation relativement simple n'est vraiment rencontrée que dans le système monoclinique. Pour les systèmes de symétrie plus élevée, l'effet de l'axe A2 est multiplié par la présence d'autres éléments de symétrie.

Dans le cas du quartz, à la symétrie du motif A3 3A2 viennent s'ajouter deux effets multiplicateurs.

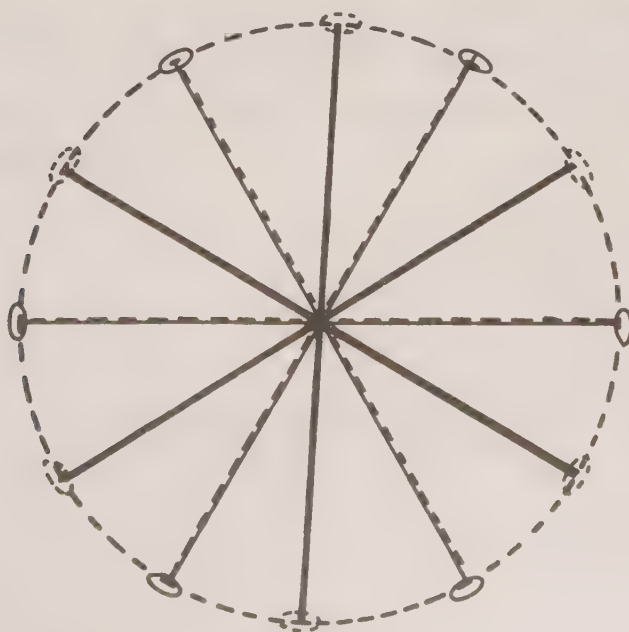
Premièrement, la loi de Friedel qui a pour effet de confondre $(hk.l)$ et $(\bar{h}\bar{k}.\bar{l})$ ou ce que l'on appelle les paires de Bijovet. Cet effet

de symétrie joue sur les facteurs de structure et entraîne la symétrie $A3 \frac{3A2}{3M} C$ (fig. 27).



- fig 27 -

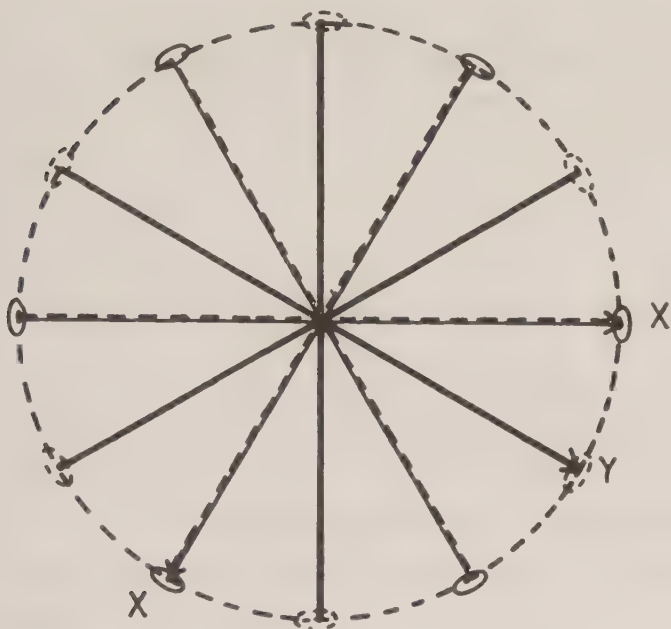
Deuxièmement, le réseau qui apporte les éléments de symétrie M , A^2 et M' pour retrouver l'holoèdrie du système hexagonal. Ces éléments de symétrie supplémentaires sont représentés en pointillés sur la figure 28.



- fig 28 -

Cet effet de symétrie joue uniquement sur les positions des noeuds dans l'espace. Il se manifeste, pour nous, par la présence de noeuds ayant des angles ρ égaux ou très voisins suivant que l'on est sur ou près d'un élément de symétrie.

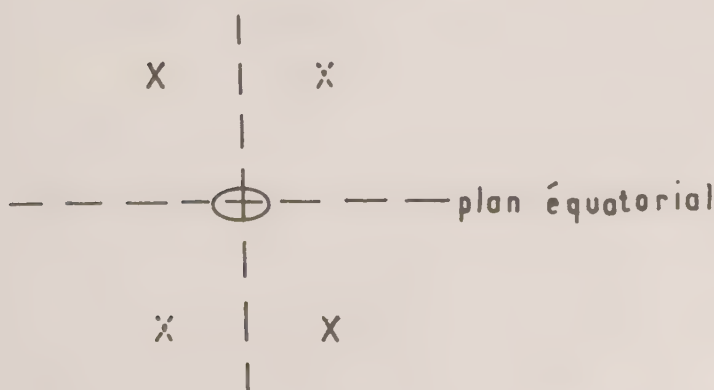
Ces deux effets ont des répercussions sur l'étude des coupes X et des coupes Y.



- fig 29 -

Ces deux types de coupes se trouvent tous les deux sur un axe binaire.
La coupe X est sur un axe binaire du cristal, la coupe Y sur un des axes supplémentaires introduit par le réseau (fig. 29).

Un noeud de l'espace réciproque est répété différemment selon que l'axe binaire est un axe du cristal (fig. 30) ou un axe binaire apporté par le réseau (fig. 31). Seuls les éléments en trait plein conserve l'intensité de diffraction.



- fig 30 - Coupe X



- fig 31 - Coupe Y

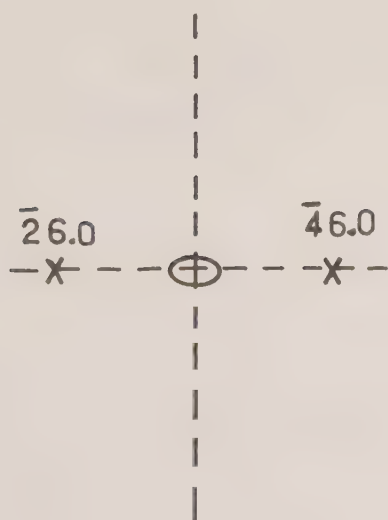
Ces deux figures montrent, qu'avec notre méthode, on observe, pour des lames dont la normale est proche d'un axe A2, quatre pics presque confondus, le quadruplet étant la somme de deux fois deux pics identiques. Pour pouvoir utiliser la méthode de résolution de doublets décrite précédemment, il faut choisir des situations particulières qui font disparaître deux des quatre pics. On pourra, par exemple, utiliser des plans situés sur les miroirs que nous venons d'introduire.

Nous examinerons successivement les lames associées aux deux sortes d'axe binaire, c'est-à-dire les coupes X et les coupes Y.

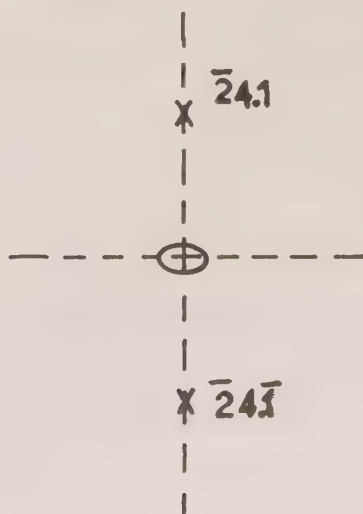
IV.3.A - COUPES X

Les angles θ et ϕ de ces lames sont respectivement égaux à 0° et 30° . Leur normale est donc théoriquement confondue avec un axe binaire du cristal.

Pour pouvoir appliquer la méthode de résolution de doublets, nous utiliserons, pour orienter ces lames, des noeuds contenus dans un des miroirs du réseau (fig. 32).



-fig 32 a-



-fig 32 b-

La figure 32a et la figure 32b tournée de $\pi/2$ correspondent à la situation rencontrée lors du calcul des angles θ et ϕ d'une coupe AT.

Nous avons obtenu, pour ce calcul, les incertitudes suivantes :

$$\text{et } \left\{ \begin{array}{l} \Delta\theta = \frac{\operatorname{tg} \rho}{\operatorname{tg} \theta} \Delta\rho \\ \Delta\phi = \frac{\operatorname{tg} \rho}{\operatorname{tg} \xi/2} \Delta\rho \end{array} \right.$$

Dans le cas de la figure 32a, où θ est très petit, l'incertitude sur cet angle sera grande. Par contre, ici $\rho \approx \xi/2$, ce qui entraîne :

$$\Delta\psi = \Delta\rho$$

Dans le cas de la figure 32b, c'est la situation inverse, l'incertitude sur θ sera égale à $\Delta\rho$ et celle sur ϕ sera très importante.

Remarque : Dans cette dernière situation, l'angle ξ sera fonction des paramètres du cristal.

Suivant que l'on voudra porter la précision sur la mesure de l'angle θ , ϕ ou des deux angles, on choisira l'une des situations ou les deux simultanément.

Exemples :

La mesure des paramètres K, sur une lame d'orientation voisine, a donné :

$$K_{24.1} = 0,094^\circ \quad \text{et} \quad K_{26.0} = 0.107^\circ$$

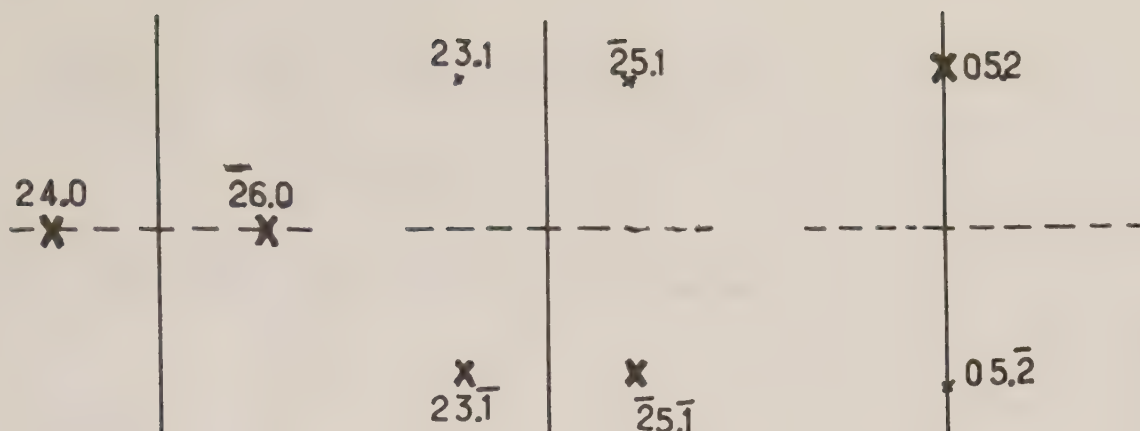
Lames	1	2	3	4	5
$\rho_{\bar{2}4.1}$	12.80	12.80	12.80	12.81	12.63
$\rho_{\bar{2}4.\bar{1}}$	12.82	12.82	12.82	12.81	13.00
$\rho_{\bar{2}6.0}$	10.73	10.87	10.90	10.89	10.57
$\rho_{\bar{4}6.0}$	11.05	10.92	10.90	10.89	11.22
θ	0.01	0.01	0.01	0.00	0.18
ϕ	29.84	29.97	30.00	30.00	29.68

Comme $\vec{N}_g$ est sur un axe binaire, il est très difficile de déterminer le signe de θ . Celui de ϕ peut être déterminé comme le montre les exemples cités dans le chapitre III.

IV.B.3. - COUPES Y

Les coupes Y sont des lames dont les angles θ et ϕ sont nuls, leur normale est donc théoriquement confondue avec un axe binaire du réseau ($A''2$).

On pourra également utiliser, pour ces lames, des plans de la forme $(hk.0)$ (fig. 33a).



- fig 33 a -

- fig 33 b -

- fig 33 c -

Les autres plans utilisables sont ceux tels que leur symétrique, par rapport au pseudo axe binaire, possède un facteur de structure très petit. Ainsi, on observe, pour le plan (32.1) qui est tel que $I_{32.1}/I_{23.1} = 68$, un doublet car l'effet des deux autres petits pics est négligeable (fig. 33b).

Un cas particulier intéressant est celui du plan (05.2) qui appartient à un des miroirs ; le rapport $I_{05.2}/I_{50.2}$ étant égal à 185, on observe qu'un seul pic pour ce plan réflecteur (fig. 33c).

Nous pourrions utiliser, pour calculer les angles θ et ϕ , la méthode présentée lors de l'étude des coupes AT. La situation de la fig. 33a nous donnerait avec précision l'angle ϕ mais l'angle θ serait mal calculé. Comme nous ne disposons pas, dans ce cas, de méthode simple pour déterminer correctement θ , nous utiliserons, pour orienter les coupes Y, la méthode de calcul des angles θ et ϕ exposée dans le chapitre II.

Le calcul d'incertitude montre que, parmi les repères possibles, les plus intéressants sont :

repère 1 : $\{(05.2), (24.0), (\bar{2}6.0)\}$

$$\Delta\theta = 2.0 \Delta\rho$$

$$\Delta\phi = 1.2 \Delta\rho$$

Repère_2 : {(05.2), (23.1̄), (2̄5.1̄)}

$\Delta\theta = 1.5 \Delta\rho$

$\Delta\phi = 1.4 \Delta\rho$

Le 2ème repère donne un résultat plus homogène.

Exemples :

La mesure des paramètres K, sur une lame d'orientation voisine a donné les résultats suivants :

$K_{24.0} = 0.103^\circ$ et $K_{23.1̄} = 0.085^\circ$

Lames	1	2	3
$\rho_{05.2}$	17.52	17.55	17.46
$\rho_{24.0}$	19.14	19.23	19.35
$\rho_{26.0}$	19.11	19.01	18.90
$\rho_{23.1̄}$	25.47	25.55	25.67
$\rho_{2̄5.1̄}$	25.42	25.32	25.26
<u>1er repère</u> θ	-0.03	-0.05	+0.03
ϕ	0.02	0.11	0.23
<u>2ème repère</u> θ	-0.02	-0.05	+0.04
ϕ	0.03	0.12	0.23

Remarque : Comme nous utilisons des plans dont nous connaissons les indices ((05.2) ou (23. $\bar{1}$)), le signe de θ est directement déterminé lors du calcul. Comme pour les coupes AT, il est très difficile de déterminer celui de ϕ car les coupes Y sont situées dans un miroir vertical perpendiculaire à un axe binaire du cristal.

Dans ce chapitre, nous avons étudié des lames de quartz parmi les plus classiques. Ces lames sont définies, dans les conventions de l'IRE, avec au plus une rotation. Cependant, au niveau des résultats des mesures d'orientation, elles doivent être considérées comme des "doubles rotations" parce que le sciage n'est jamais parfait et conduit à une désorientation.

Comme nous l'avons vu, les coupes X, Y et AT, simples par leur définition, sont difficiles à orienter à cause de superpositions dues à la symétrie. Dans l'industrie, pour contrôler une série de coupes X ou de coupes Y, on se contente de mesurer l'angle entre la normale géométrique et, respectivement, les directions ($\bar{2}$ 4.0) et (04.0). Il faut préciser que, dans ce cas, les mesures ne donnent que la désorientation de la lame et non son orientation. Il en est de même pour les coupes AT pour lesquelles on utilise le seul plan (02.2) en supposant $\phi = 0$; mais l'angle ϕ des coupes AT n'est pas forcément nul comme le montrent les lames étudiées en annexe V.

On peut se demander s'il est possible d'orienter des coupes X, Y ou AT sans résoudre de doublets. La seule solution est d'étudier séparément les deux plans réflecteurs qui étaient mélangés, dans le mode d'utilisation du goniomètre, par la rotation rapide du plateau. Pour cela, on détermine, en rotation rapide, la position de diffraction du doublet ; on passe alors en mode de rotation lente et les deux pics apparaissent pour des positions différentes du plateau (elles correspondent aux rotations ϕ_1 et ϕ_2 d'un diffractomètre classique). On mesure l'angle ρ pour chacune des positions ϕ_1 et ϕ_2 du plateau. On se trouve alors, pour résoudre le calcul, dans la situation générale présentée dans le chapitre II. Cette solution demande de nombreuses manipulations et est très longue.

Dans ce travail, nous avons essayé de tenir compte de la rapidité d'exécution et notre méthode permet d'envisager les contrôles de séries industrielles.

V - CALCULS PRÉLIMINAIRES AU SCIAGE D'UN BLOC MONOCRISTALLIN DE QUARTZ

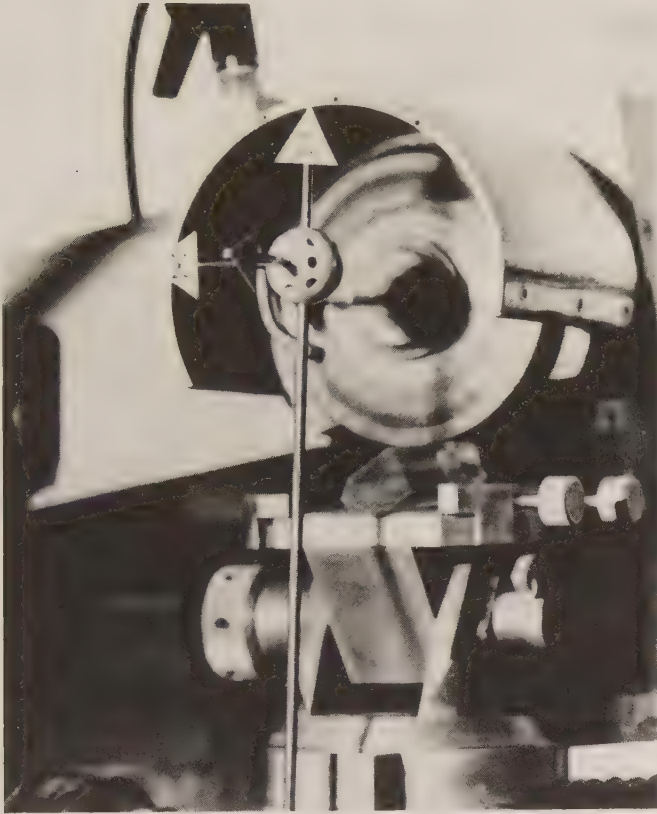
Pour découper une lame dans un bloc de quartz, qu'il soit synthétique ou naturel, on doit au préalable connaître son orientation au moment où le bloc est fixé sur le dispositif de sciage. Habituellement, on réalise par étapes successives deux surfaces de référence qui correspondent nécessairement à des plans très simples dans le repère du quartz⁽¹³⁾. Ces plans servent à placer convenablement le bloc sur la scie. A l'aide de rotations bien définies de la tête goniométrique, on obtient la lame d'orientation voulue. Cependant, avec cette méthode, la précision finale dépend en particulier de la bonne réussite des plans de référence qui doivent coïncider exactement avec les orientations prévues. Par ailleurs, avec ce procédé on peut rencontrer certaines difficultés pour des lames à double rotation.

Avec la méthode proposée ici, on ne cherche pas à réaliser une surface de référence particulière, mais à repérer la position d'une lame par rapport, à la fois à la scie et au réseau du cristal. Pour cela on scie deux lames préliminaires différentes en relevant pour chacune d'elles les positions angulaires de la scie et on mesure ensuite leurs orientations sur un goniomètre. À partir des valeurs ainsi obtenues on calcule les positions angulaires qui donneront la lame d'orientation attendue. On place donc directement le bloc de quartz sur la scie, même s'il ne présente pas de faces apparentes. De plus, en procédant de cette façon, on n'est plus tributaire des erreurs occasionnées par le mode de fixation du cristal, en particulier son collage ou l'introduction de cales.

Cette méthode est applicable si l'orientation des deux lames préliminaires peut être déterminée avec en particulier le signe de l'angle θ . La tête goniométrique de la scie utilisée doit être munie de deux axes de rotation perpendiculaires, l'un de ces axes étant fixe et parallèle au plan de sciage.

Nous examinerons, dans un premier temps, les systèmes d'axes et le mécanisme des rotations.

V.1. LES SYSTEMES D'AXES

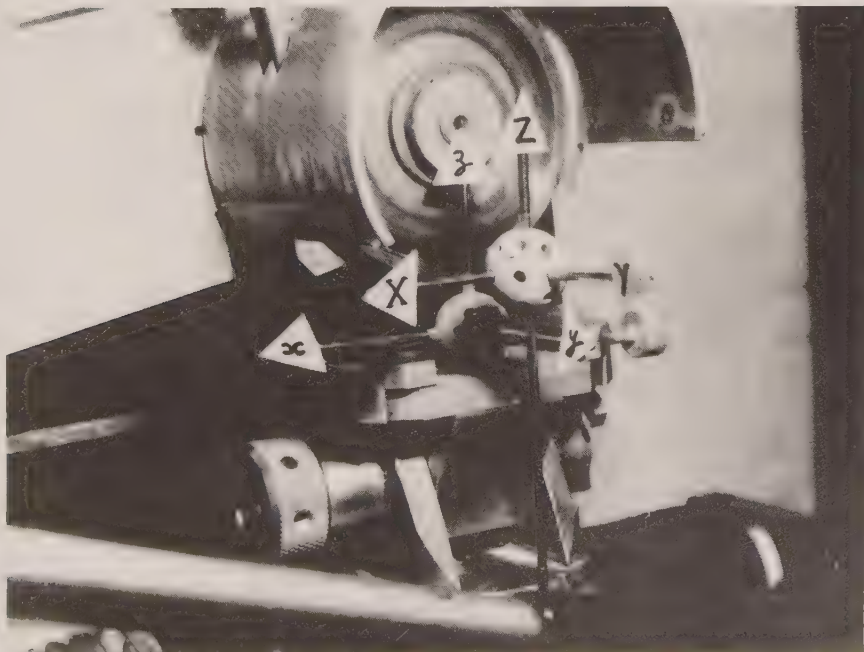


Photographie n° 4

Nous allons utiliser trois systèmes d'axes, le bâti de la scie, la tête goniométrique et le repère $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$ du cristal. Le repère lié à la tête goniométrique est mobile par rapport à celui du bâti.

- Le repère OXYZ (photographie n° 4), lié au bâti, est tel que OZ corresponde à l'axe de rotation vertical, OY à l'axe de rotation du disque de la scie.

La normale à la lame sciée est donc toujours la direction OY et le plan de sciage, le plan XOZ.



Photographie n° 5

- Le repère Oxyz est solidaire de la tête goniométrique et c'est dans ce repère qu'est fixé le cristal. La direction Ox est solidaire de l'axe de rotation horizontal de la tête goniométrique.

Il correspond au repère OXYZ quand toutes les graduations de la tête goniométrique sont au zéro (photographie n° 5).

- Le repère $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$ est celui du réseau du cristal, il est fixe dans le repère Oxyz.

Les mesures que nous allons faire permettront de définir la position de $\vec{Ox}$ dans le repère du cristal.

Remarque : Sur la scie présentée, l'axe de rotation de la tête goniométrique fixe par rapport au bâti est vertical, sur d'autres modèles il peut être horizontal. L'essentiel, pour notre méthode de calcul, est que cet axe soit parallèle au plan de sciage et que l'autre axe lui soit perpendiculaire.

V.2. EFFET DES ROTATIONS DE LA TÊTE GONIOMETRIQUE SUR LA POSITION DU PLAN DE SCIAGE

V.2.A. INTRODUCTION

Le cristal est fixé sur la tête goniométrique. Quand on fait une coupe, on définit un plan de lame qui sera caractérisé par sa normale $\vec{N}_g$.

On peut obtenir une direction $\vec{N}_{g_i}$ quelconque après deux rotations, l'une autour de l'axe vertical OZ et l'autre autour de l'axe horizontal Ox.

La première rotation autour de OZ amène Ox en Ox_i (fig. 34) ; la deuxième rotation autour de Ox (Ox_i) amène Oz en Oz'_i .

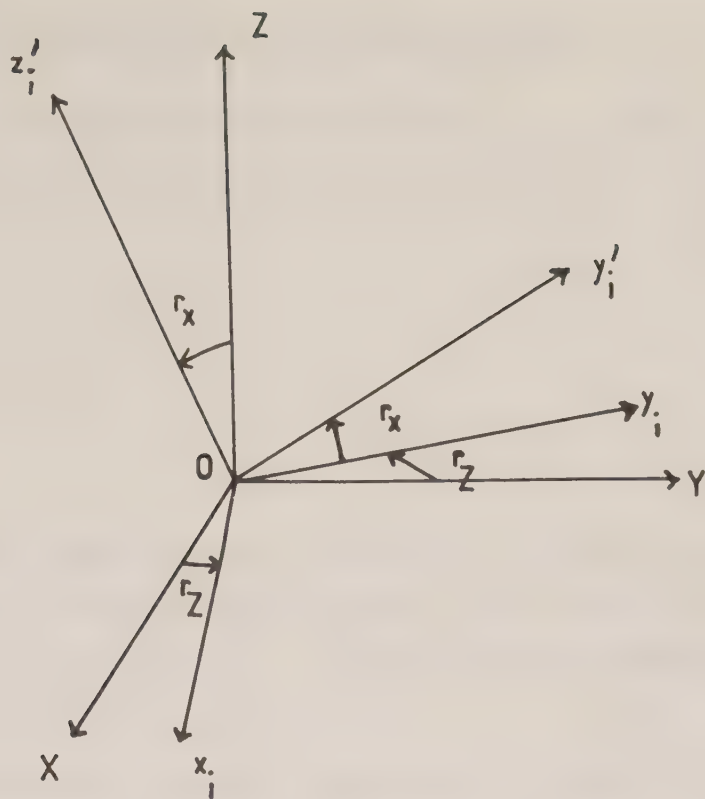


Fig. 34

Les angles affichés sur la tête goniométrique pour cette coupe sont r_{x_i} et r_{z_i} . L'origine de ces angles a été définie précédemment. On peut montrer ⁽¹⁴⁾ que l'ordre dans lequel on effectue les rotations est indifférent car, dans cette situation géométrique, l'axe Ox est entraîné par la rotation autour de Oz.

L'orientation de la lame obtenue sera repérée dans le repère $(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$ du cristal par ses coordonnées covariantes : $y_{1_i}, y_{2_i}, y_{3_i}$.

V.2.B. PASSAGE D'UN PLAN DE SCIAGE A UN AUTRE

Si $\vec{N}_{g_i}$ est obtenue pour les positions r_{x_i} , r_{z_i} et $\vec{N}_{g_j}$ pour les positions r_{x_j} , r_{z_j} , on passe de la lame i à la lame j par :

$$r_x = r_{x_j} - r_{x_i}$$

$$r_z = r_{z_j} - r_{z_i}$$

r_x et r_z représentent les variations des positions angulaires affichées sur la tête goniométrique de la scie. C'est à dire que l'on passe de la position $\vec{N}_{g_i}$ à la position $\vec{N}_{g_j}$ par des rotations d'amplitudes r_x et r_z autour des axes Ox et Oz .

Le principe de la méthode proposée est le suivant : connaissant la position d'une direction et celle de $\vec{Ox}$, on va calculer directement les rotations à effectuer pour obtenir la coupe désirée.

V.3. DETERMINATION DE LA POSITION DE L'AXE $\vec{Ox}$ DANS L'ESPACE DU CRISTAL

Soient deux lames obtenues sans tourner autour de l'axe $\vec{Ox}$
($r_{x_1} = r_{x_2}$) :

$$\vec{N}_{g_1} : r_{x_1}, r_{z_1}$$

$$\vec{N}_{g_2} : r_{x_1}, r_{z_2}$$

Ces deux lames sont orientées, dans l'espace du cristal, par diffractométrie de rayons X.

Remarque : On doit faire la vérification suivante, l'angle entre $\vec{n}_{g_1}$ et $\vec{n}_{g_2}$ calculable à partir du produit scalaire $\vec{n}_{g_1} \cdot \vec{n}_{g_2}$ ne doit être autre que $|r_z| = |r_{z_2} - r_{z_1}|$. Ainsi, si l'on retrouve cette égalité, on est sûr que les deux lames sont définies dans le même repère du cristal. En effet, on aurait pu définir les lames dans des repères différents mais équivalents par symétrie, dans ce cas, les deux angles auraient été très différents.

Comme $\vec{Ox}$ reste perpendiculaire à OZ , $\vec{n}_{g_1}$, $\vec{n}_{g_2}$ et $\vec{Ox}$ sont dans le même plan (fig. 35). On peut écrire :

$$\vec{Ox} = p \vec{n}_{g_1} + q \vec{n}_{g_2}$$

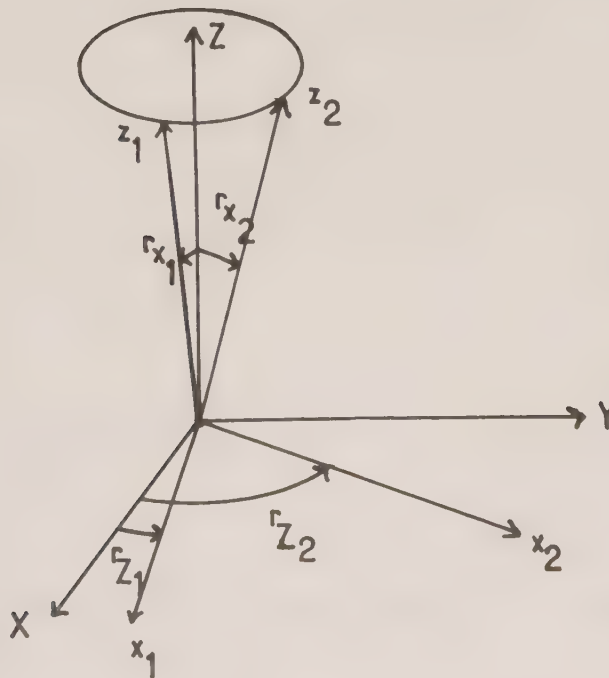


Fig. 35

Les nombres p et q sont choisis tels que :

$$|\vec{Ox}| = 1.$$

Soient $M_1 = |\vec{N}_{g_1}|$, $M_2 = |\vec{N}_{g_2}|$ et $M = \vec{N}_{g_1} \cdot \vec{N}_{g_2}$

Comme les normales sont toujours confondues, au moment du sciage, avec OY , on a :

$$(\vec{Ox}, \vec{N}_{g_1}) = \frac{\pi}{2} - r_{Z_1} \quad \text{et} \quad (\vec{Ox}, \vec{N}_{g_2}) = \frac{\pi}{2} - r_{Z_2}$$

Le produit scalaire $\vec{Ox} \cdot \vec{N}_{g_1}$ peut s'écrire :

$$\vec{Ox} \cdot \vec{N}_{g_1} = (p \vec{N}_{g_1} + q \vec{N}_{g_2}) \cdot \vec{N}_{g_1} = p M_1^2 + qM$$

ou

$$\vec{Ox} \cdot \vec{N}_{g_1} = M_1 \cos \left(\frac{\pi}{2} - r_{Z_1} \right) = M_1 \sin r_{Z_1}$$

On obtient :

$$p M_1^2 + qM = M_1 \sin r_{Z_1}$$

En effectuant le produit scalaire $\vec{Ox} \cdot \vec{N}_{g_2}$, on obtiendrait :

$$pM + qM_2^2 = M_2 \sin r_{Z_2}$$

On aboutit ainsi à un système de deux équations à deux inconnues dont la résolution donne :

$$p = \frac{M_2^2 M_1 \sin r_{Z_1} - M M_2 \sin r_{Z_2}}{M_1^2 M_2^2 - M^2} \quad \text{et} \quad q = \frac{M_1^2 M_2 \sin r_{Z_2} - M M_1 \sin r_{Z_1}}{M_1^2 M_2^2 - M^2}$$

Si les composantes de $\vec{N}_{g_1}$ et $\vec{N}_{g_2}$ dans l'espace réciproque sont respectivement $(y_{1_1}, y_{2_1}, y_{3_1})$ et $(y_{1_2}, y_{2_2}, y_{3_2})$, celles de $\vec{Ox}$ seront :

$$h_x = p y_{1_1} + q y_{1_2}$$

$$k_x = p y_{2_1} + q y_{2_2}$$

$$l_x = p y_{3_1} + q y_{3_2}$$

Remarque : Nous avons également développé un calcul des coordonnées de $\vec{Ox}$ à partir de deux lames correspondant à des rotations r_x et r_z quelconques. Mais cette méthode nécessite beaucoup plus de calculs sans améliorer la qualité du résultat final.

V.4. CALCUL DES ROTATIONS POUR OBTENIR $\vec{N}_g$

Soit $\vec{N}_{g_R}$ une lame correspondant à r_{x_R}, r_{z_R} et de coordonnées $(y_{1_R}, y_{2_R}, y_{3_R})$ dans l'espace réciproque. Cette lame peut être une des deux lames $\vec{N}_{g_1}, \vec{N}_{g_2}$ ou toute autre lame.

On désire obtenir $\vec{N}_g$ de coordonnées (y_1, y_2, y_3) . On peut calculer, à l'aide de produits scalaires, les angles :

$$\tau = (\vec{Ox}, \vec{N}_g)$$

$$\delta = (\vec{N}_g, \vec{N}_{g_R})$$

$$\xi = (\vec{Ox}, \vec{N}_{g_R})$$

On cherche à calculer les rotations r_x et r_z qui permettent de passer de $\vec{N}_{g_R}$ à $\vec{N}_g$. Représentons sur les figures 36 et 37 ces rotations en appelant $\vec{N}_i$ la position intermédiaire occupée par $\vec{N}_{g_R}$ après la rotation autour de OZ.

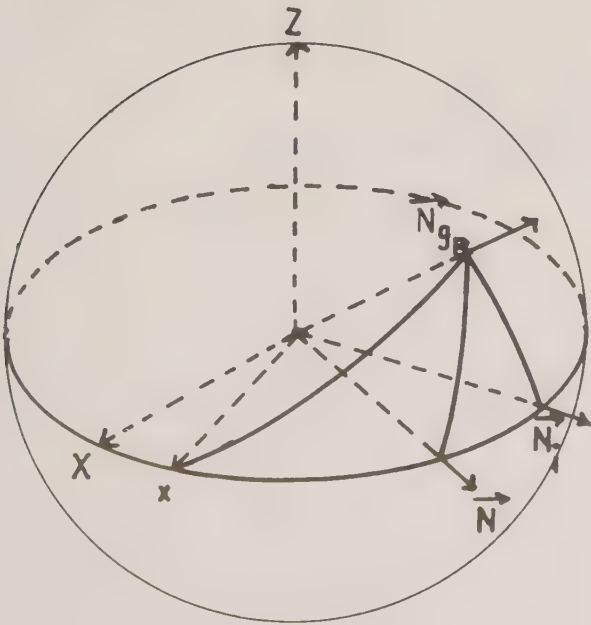


Fig. 36

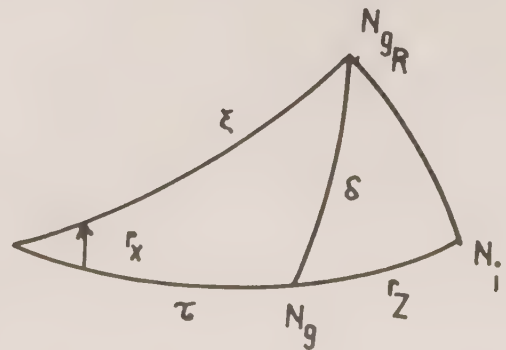


Fig. 37

Ces figures montrent les positions de $\vec{Ox}$, $\vec{N}_g$ et $\vec{N}_{g_R}$ au moment où l'on coupe la lame $\vec{N}_g$. Dans le triangle sphérique (fig. 37) $\vec{Ox}$, $\vec{N}_g$ et $\vec{N}_i$ sont sur le même grand cercle perpendiculaire à OZ.

A partir de ce triangle, on calcule les angles r_Z et r_x .

r_Z est simplement :

$$r_Z = (\vec{Ox}, \vec{N}_i) - (\vec{Ox}, \vec{N}_g)$$

Par suite de la rotation autour de Ox, l'angle $(\vec{Ox}, \vec{N}_i)$ est égal à l'angle $(\vec{Ox}, \vec{N}_{g_R})$. On obtient donc :

$$r_Z = \xi - \tau$$

L'angle r_x peut être calculé à partir de :

$$\cos \delta = \cos \tau \cos \xi + \sin \tau \sin \xi \cos r_x$$

Cette expression ne permet pas de connaître le signe de r_x . On le détermine en constatant qu'il est identique à celui du produit mixte $(\vec{Ox}, \vec{N}_g, \vec{N}_{g_R})$. En effet, si r_x est positif, $\vec{N}_{g_R}$ est au dessus du plan $(\vec{Ox}, \vec{OY})$.

Les angles à afficher sur la scie pour obtenir la lame attendue sont :

$$r_x \text{ final} = r_x + r_{x_R}$$

et

$$r_Z \text{ final} = r_Z + r_{Z_R}$$

V.5. CALCUL D'INCERTITUDE SUR LE SCIAGE

Vu le nombre de paramètres qui interviennent dans le calcul des rotations r_x et r_z , l'étude sera décomposée en deux étapes.

Dans la première, nous allons déterminer la situation la plus favorable au calcul des rotations r_x et r_z . Dans l'autre, nous développerons le calcul d'incertitude proprement dit.

V.5.A. RECHERCHE DE LA SITUATION FAVORABLE AU CALCUL DE r_x et de r_z

a - Calcul de r_x

L'angle r_x est tiré de la relation :

$$\cos \delta = \cos \tau \cos \xi + \sin \tau \sin \xi \cos r_x$$

où

$$\left\{ \begin{array}{l} \delta = (\vec{N}_g, \vec{N}_{g_R}) \\ \tau = (\vec{Ox}, \vec{N}_g) \\ \xi = (\vec{Ox}, \vec{N}_{g_R}) \end{array} \right.$$

$\cos r_x$ peut donc s'écrire :

$$\cos r_x = \frac{\cos \delta - \cos \tau \cos \xi}{\sin \tau \sin \xi}$$

r_x étant une fonction des angles δ , τ et ξ , dr_x peut se mettre sous la forme :

$$dr_x = A d\delta + B d\tau + C d\xi$$

Le calcul montre que :

$$A = \frac{1}{\operatorname{tg} r_x} \left[\frac{\sin \delta}{\cos \delta - \cos \tau \cos \xi} \right]$$

$$B = \frac{1}{\operatorname{tg} r_x} \left[\frac{\cos \tau}{\sin \tau} - \frac{\cos \xi \sin \tau}{\cos \delta - \cos \tau \cos \xi} \right]$$

$$C = \frac{1}{\operatorname{tg} r_x} \left[\frac{\cos \xi}{\sin \xi} - \frac{\cos \tau \sin \xi}{\cos \delta - \cos \tau \cos \xi} \right]$$

Si δ est très petit, l'angle $(\vec{N}_g, \vec{N}_{g_R})$ est très petit et les angles τ et ξ sont voisins.

Dans ce cas et lorsque τ est très supérieur à $\frac{\delta}{2}$, on peut montrer que $t_g r_x$ peut se mettre sous la forme :

$$\operatorname{tg} r_x = \frac{\delta \sin \tau}{\sin^2 \tau - \frac{\delta^2}{2}}$$

On peut alors simplifier les écritures A, B, C. B devient :

$$B = \frac{(\sin^2 \tau - \delta^2/2)}{\delta \sin \tau} \left[\frac{\cos \tau}{\sin \tau} - \frac{\cos \tau \sin \tau}{\cos \delta - \cos^2 \tau} \right]$$

Lorsque δ est petit, $\cos \delta$ peut s'écrire : $1 - \frac{\delta^2}{2}$, B peut alors se mettre sous la forme :

$$B = \frac{(\sin^2 \tau - \delta^2/2)}{\delta \sin \tau} \left[\frac{\cos \tau}{\sin \tau} - \frac{\cos \tau \sin \tau}{1 - \frac{\delta^2}{2} - \cos^2 \tau} \right]$$

C'est-à-dire :

$$B = \frac{(\sin^2 \tau - \delta^2/2)}{\delta \sin \tau} \left[\frac{\cos \tau}{\sin \tau} - \frac{\cos \tau \sin \tau}{(\sin^2 \tau - \frac{\delta^2}{2})} \right]$$

On obtient finalement après réduction au même dénominateur :

$$B = \frac{-\delta \cos \tau}{2 \sin^2 \tau}$$

On en déduit que B tend vers zéro avec δ . Pour C, on trouve un résultat identique et pour A, on trouve comme limite : $1/\sin \tau$.

Donc lorsque δ est très petit, on a simplement :

$$\Delta r_x = \frac{1}{\sin \tau} \Delta \delta$$

δ est l'angle $(\vec{N}_g, \vec{N}_{gR})$. Comme $\vec{N}_g$ est donné, l'incertitude sur δ est donc simplement celle sur la mesure goniométrique.

Remarque :

Δr_x étant inversement proportionnelle à $\sin \tau$, Δr_x est toujours plus grand que $\Delta \delta$ et d'autant plus faible que τ est proche de $\pi/2$.

b - Calcul de r_z

La situation est beaucoup plus simple car l'angle r_z est calculé par différence :

$$r_z = (\vec{Ox}, \vec{N}_{gR}) - (\vec{Ox}, \vec{N}_g) = \xi - \tau.$$

Comme l'angle δ doit être petit pour le calcul de r_x , voyons ce qui se passe, dans ce cas, pour r_z .

On est dans la situation représentée figure 38.

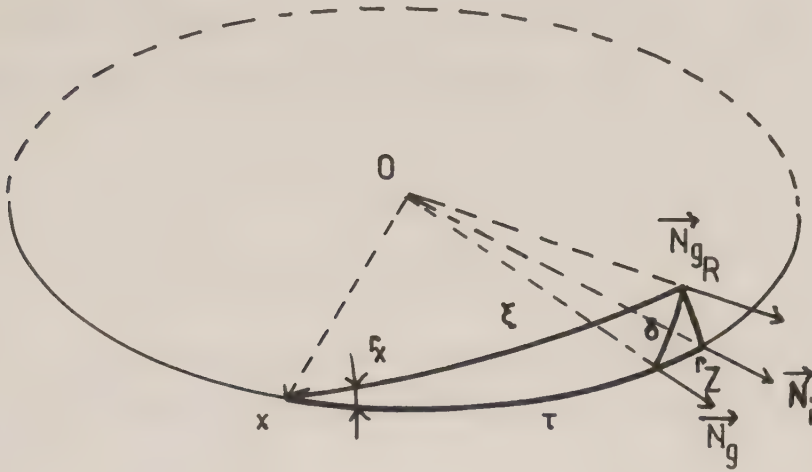


Fig. 38

L'incertitude sur ξ est la somme des incertitudes sur $O\vec{x}$ et $\vec{N}_{gR}$. Celle sur τ est uniquement due à $O\vec{x}$. r_z est la différence $\xi - \tau$. Si δ est petit, $O\vec{x}$, $\vec{N}_g$ et $\vec{N}_{gR}$ sont presque dans le même plan et l'effet de $O\vec{x}$ est négligeable. Il ne reste que l'incertitude sur la mesure goniométrique de $\vec{N}_{gR}$.

La situation δ très petit est donc également très favorable au calcul de r_z .

En recherchant les conditions les plus favorables pour déterminer les angles r_x et r_z , on arrive au résultat suivant :

il faut qu'une des lames intermédiaires soit proche de la direction désirée.

Ceci est évidemment une gageure puisqu'au départ on suppose ne pas connaître l'orientation du bloc posé sur la scie. En conséquence, si on ne connaît pas l'orientation du cristal, on a intérêt à tailler une troisième lame le plus proche possible de la direction cherchée. Cette lame jouera, si nécessaire, le rôle de lame de référence.

Si l'on a une idée de l'orientation, il faut bien sûr en profiter pour placer favorablement le cristal sur la scie, c'est-à-dire que le plan de coupe de la lame désirée doit être parallèle à l'axe de rotation horizontal $\vec{Ox}$ de la tête goniométrique.

V.5.B. CALCUL D'INCERTITUDE

Nous allons exprimer l'incertitude sur la direction finale en fonction des coordonnées de la direction $\vec{Ox}$, de celles de la lame de référence et des angles r_{xR} et r_{zR} .

Dans un premier temps, calculons l'incertitude sur les coordonnées de $\vec{Ox}$.

Les coordonnées (h_x, k_x, l_x) de $\vec{Ox}$ dans l'espace réciproque sont fonction de y_{i_1}, y_{i_2} (coordonnées de $\vec{N}_{g_1}, \vec{N}_{g_2}$) et des angles r_{z_1} et r_{z_2} .

Soit :

$$h_x = f(y_{i_1}, y_{i_2}, r_{z_1}, r_{z_2}) \quad (i = 1, 2, 3)$$

On a des expressions semblables pour k_x et l_x .

On peut écrire :

$$dh_x = \frac{\partial f}{\partial y_{i_1}} dy_{i_1} + \frac{\partial f}{\partial y_{i_2}} dy_{i_2} + \frac{\partial f}{\partial r_{z_1}} dr_{z_1} + \frac{\partial f}{\partial r_{z_2}} dr_{z_2}$$

On obtient en passant aux incertitudes :

$$\Delta h_x = \left| \frac{\partial f}{\partial y_{i_1}} \right| \Delta y_{i_1} + \left| \frac{\partial f}{\partial y_{i_2}} \right| \Delta y_{i_2} + \left| \frac{\partial f}{\partial r_{z_1}} \right| \Delta r_{z_1} + \left| \frac{\partial f}{\partial r_{z_2}} \right| \Delta r_{z_2}$$

Les expressions : $\left| \frac{\partial f}{\partial y_{i_1}} \right|$, $\left| \frac{\partial f}{\partial y_{i_2}} \right|$, $\left| \frac{\partial f}{\partial r_{Z_1}} \right|$ et $\left| \frac{\partial f}{\partial r_{Z_2}} \right|$ sont calculées numériquement par ordinateur en faisant varier y_{i_1} , y_{i_2} , r_{Z_1} et r_{Z_2} de petites quantités autour d'une valeur donnée.

On peut ainsi déterminer les incertitudes sur les composantes de $\vec{Ox}$.

De même, la rotation r_x est fonction des coordonnées de $\vec{Ox}$, de $\vec{N}_g$ et de $\vec{N}_{g_R}$. On peut écrire :

$$r_x = g(h_x, k_x, l_x, y_i, y_{i_R}). \quad (i = 1, 2, 3)$$

En procédant comme ci-dessus et comme $\Delta y_i = 0$, on aura :

$$\Delta r_x = \left| \frac{\partial g}{\partial h_x} \right| \Delta h_x + \left| \frac{\partial g}{\partial k_x} \right| \Delta k_x + \left| \frac{\partial g}{\partial l_x} \right| \Delta l_x + \left| \frac{\partial g}{\partial y_{i_R}} \right| \Delta y_{i_R}$$

Il en est de même pour r_z .

Comme les positions affichées sur la tête goniométrique de la scie sont :

$$r_{xf} = r_x + r_{x_R}$$

et

$$r_{zf} = r_z + r_{z_R}$$

On a finalement :

$$\Delta r_{xf} = \Delta r_x + \Delta r_{x_R}$$

et

$$\Delta r_{zf} = \Delta r_z + \Delta r_{z_R}$$

Ces relations donnent les incertitudes sur les angles à afficher sur la tête goniométrique mais pas la désorientation ϵ de la lame $\vec{N}_{g_0}$ obtenue. Calculons cette dernière en cherchant sa valeur maximale : situation représentée figure 39.

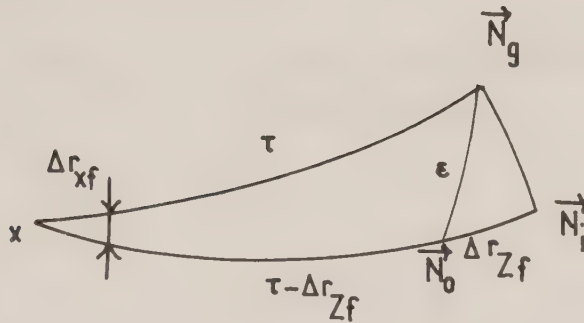


Fig. 39

ϵ peut être calculé par :

$$\cos \epsilon = \cos \tau \cos (\tau - \Delta r_{zf}) + \sin \tau \sin (\tau - \Delta r_{zf}) \cos \Delta r_{xf}$$

C'est en fait la valeur ϵ qui caractérise la garantie de qualité pour une situation de sciage donnée.

Remarque :

La situation de la figure 39 correspond, dans l'espace, à celle où nous avons calculé l'angle r_x à partir de δ ; mais ici, c'est ϵ , au contraire, qui est calculé à partir de Δr_{xf} .

EXEMPLE

L'exemple suivant présente, grâce à une simulation sur ordinateur, le déroulement complet du sciage d'une lame de quartz. Il permet de retrouver le fait que les incertitudes sont d'autant plus faibles que $\vec{N}_{g_R}$ est proche de $\vec{N}_g$.

Les lames 1 et 2 de départ sont supposées être obtenues pour les positions suivantes de la tête goniométrique :

lame 1 : $r_{Z_1} = -40^\circ$ et $r_{X_1} = 0^\circ$

lame 2 : $r_{Z_2} = 40^\circ$ et $r_{X_2} = 0^\circ$.

Leur orientation est donnée par

$$\vec{N}_{g_1} \begin{pmatrix} -4.6165 \\ 3.7634 \\ 0 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \vec{N}_{g_2} \begin{pmatrix} 0.8531 \\ 3.7634 \\ 0 \end{pmatrix}$$

Les incertitudes, posées à priori, sont les suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta r_x = 0.05^\circ \\ \Delta r_Z = 0.02^\circ \\ \Delta \rho_a = \Delta \rho_b = \Delta \rho_c = 0.005^\circ \end{array} \right.$$

On désire obtenir la lame correspondant au plan cristallographique (14.3).

Lorsqu'on utilise $\vec{N}_{g_1}$ comme lame de référence, on obtient :

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta r_{xf} = 0.21^\circ \\ \Delta r_{zf} = 0.09^\circ \\ \epsilon = (\vec{N}_g, \vec{N}_{g_0}) = 0.20^\circ \end{array} \right.$$

L'angle ϵ trouvé ici est très important, 4 fois l'incertitude de départ.

Examinons, maintenant, les résultats obtenus en choisissant comme lame de référence une troisième lame, proche de la direction (14.3). Soit la lame $\vec{N}_{g_R}$ (1.02, 4.03, 2.98) obtenue pour les positions suivantes de la tête goniométrique.

$$\left\{ \begin{array}{l} r_x = - 33.98^\circ \\ r_z = 35.82^\circ \end{array} \right.$$

On aboutit dans ce cas à :

$$\left\{ \begin{array}{l} \Delta r_{xf} = 0.06^\circ \\ \Delta r_{zf} = 0.03^\circ \\ \epsilon = (\vec{N}_g, \vec{N}_{g_0}) = 0.06^\circ \end{array} \right.$$

On trouve, ici, un angle ϵ très proche de l'incertitude de départ. L'effet du faible écart entre $\vec{N}_g$ et la direction de la lame de référence est parfaitement vérifié par le calcul. On retrouve donc, ici, les conclusions précédentes.

V.6. APPLICATIONS

Sur le même bloc de quartz, on désire obtenir les 2 lames suivantes :

$$a - N_{g_a} (0, 0.8800, 5.2876)$$

$$b - N_{g_b} (0.2246, 1, 4.509).$$

Les deux lames préliminaires ont été obtenues pour les positions de la tête goniométrique :

$$\vec{N}_{g_1} : r_{x_1} = 0^\circ \quad \text{et} \quad r_{z_1} = -26^\circ$$

$$\vec{N}_{g_2} : r_{x_2} = 0^\circ \quad \text{et} \quad r_{z_2} = 26^\circ$$

Les mesures d'orientation ont donné pour ces lames :

$$\vec{N}_{g_1} \begin{pmatrix} -0.2765 \\ -1.6472 \\ 4.8962 \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \vec{N}_{g_2} \begin{pmatrix} -0.278 \\ 2.0814 \\ 4.7987 \end{pmatrix}$$

a - Pour obtenir la première des deux lames, le calcul donne, en prenant $\vec{N}_{g_2}$ comme lame de référence :

$$\left\{ \begin{array}{l} r_{xf} = -3.55^\circ \\ r_{zf} = 10.77^\circ \end{array} \right.$$

Pour ces positions de la tête goniométrique, après sciage et contrôle de l'orientation, on a trouvé :

$$\vec{N}_{g_0} \begin{pmatrix} -0.0031 \\ 0.8864 \\ 5.2863 \end{pmatrix} \quad \text{avec } (\vec{N}_{g_a}, \vec{N}_{g_0}) = 0.06^\circ$$

Le calcul d'incertitude prévoit, en prenant comme incertitudes sur la scie $\Delta r_x = 0.05^\circ$, $\Delta r_z = 0.02^\circ$ et sur le goniomètre $\Delta \rho_a = \Delta \rho_b = \Delta \rho_c = 0.01^\circ$, que l'écart maximum entre $\vec{N}_g$ obtenue et $\vec{N}_g$ souhaitée est de 0.27° .

b - Pour obtenir la deuxième lame, le calcul a donné, en utilisant $\vec{N}_{g_2}$ comme lame de référence :

$$\begin{cases} r_{xf} = -6.70^\circ \\ r_{zf} = 16.19^\circ \end{cases}$$

On a obtenu, dans ces conditions, la lame :

$$\vec{N}_{g_0} \begin{pmatrix} 0.2311 \\ 1 \\ 4.4866 \end{pmatrix} \quad \text{avec } (\vec{N}_{g_b}, \vec{N}_{g_0}) = 0.16^\circ$$

Pour les mêmes conditions de départ, le calcul prévoyait un écart maximum de 0.18° .

Le résultat n'étant pas satisfaisant, nous avons taillé une nouvelle lame en utilisant $\vec{N}_{g_0}$ pour le nouveau calcul des rotations. On a trouvé :

$$\begin{cases} r_{xf} = -6.59^\circ \\ r_{zf} = 16.20^\circ \end{cases}$$

Nous avons obtenu dans ces conditions, la lame suivante :

$$\vec{n}_{g_{02}} \begin{pmatrix} 0.2200 \\ 1 \\ 4.4885 \end{pmatrix} \quad \text{avec} \quad (\vec{n}_{g_b}, \vec{n}_{g_0}) = 0.07^\circ$$

Dans ces nouvelles conditions, l'écart maximum prévu était de 0.08° .

Remarque : on vérifie à nouveau que l'utilisation d'une troisième lame intermédiaire peut augmenter la précision du résultat.

Cette méthode a été utilisée sur des scies de qualités différentes. Nous avons fait les mises au point sur une scie du laboratoire pour laquelle la définition des rotations était de l'ordre du demi-degré. Les résultats présentés ici ont été, par contre, obtenus sur une scie de meilleure qualité du laboratoire de l'ENSM.

Entre ces deux scies, il y a une différence sur la position de l'axe $\vec{Ox}$ qui est horizontal dans un cas et vertical dans l'autre. Cette différence n'a aucune incidence sur la méthode de calcul. Celle-ci est tout à fait générale et applicable à bien d'autres cristaux que le quartz.

Nous avons vu qu'il n'était pas nécessaire de tailler des surfaces de référence comme dans les méthodes classiques puisque l'on disposait d'une méthode goniométrique pour déterminer l'orientation d'une lame quelconque. Ceci n'exclut pas la possibilité de se mettre dans la position de sciage la plus favorable en choisissant de fixer le cristal compte-tenu de son orientation.

De plus, cette méthode présente un avantage très important : elle s'affranchit de l'incertitude introduite par le collage du cristal sur une plaque de verre, elle-même, fixée sur la tête goniométrique. On est plus tributaire que de la qualité de la définition des axes de rotation et des graduations de la scie.

Remarque : On s'aperçoit que la méthode présentée ici, est également applicable aux triples rotations. Il est possible de définir une surface contenant le côté $\vec{L}$ et de tailler, ensuite, les lames d'orientation désirée.

Ce travail a traité des problèmes liés à la mesure de l'orientation d'une lame et à l'obtention de celle-ci par sciage à partir d'un bloc monocristallin. L'étude a été centrée plus particulièrement sur le quartz, matériau très utilisé à l'heure actuelle pour ses propriétés piézoélectriques; mais l'extension à d'autres cristaux comme le silicium est très facile à réaliser.

Parmi les points nouveaux que l'on peut considérer comme acquis, il y a d'abord la détermination de l'incertitude sur l'orientation obtenue à partir de trois observations, ce calcul permet de choisir, à priori, parmi les plans observables, ceux qui conduisent au résultat le plus sûr. Deuxièmement, nous avons vu que, dans le cas du quartz, l'existence de macles obligeait à être prudent quant à la connaissance des signes des angles ϕ et θ . Nous avons levé cette difficulté en tenant compte soit des facteurs de structure, soit des effets de la diffusion anormale.

Quant au problème du sciage, il semble que la connaissance initiale de l'orientation du bloc de quartz posé sur la tête goniométrique de la scie ne soit pas nécessaire si l'on utilise la méthode que nous avons proposée⁽¹⁵⁾. Elle a l'avantage d'éviter la nécessité de tailler des faces de référence par approximations successives et de supprimer l'incertitude due au mode de fixation du bloc monocristallin.

Tout au long de ce travail, nous nous sommes attaché à déterminer les incertitudes liées à chaque situation de calcul. Nous avons essayé, aussi bien pour la mesure d'une orientation que pour le sciage, de déterminer les conditions de calcul les plus favorables.

•

ANNEXES

CALCUL D'INCERTITUDE SUR LES ANGLES $\rho'_a, \rho'_b, \rho'_c$ DU
GRAND CÔTÉ D'UNE LAME RECTANGULAIRE

Nous avons vu, page 18, que l'orientation du grand côté $\vec{L}$ est calculée à partir de l'orientation de $\vec{N}_g$ et de l'angle μ associé à un plan réflecteur (hkl).

Les incertitudes sur les angles $\rho'_a, \rho'_b, \rho'_c$ sont donc fonction de celles sur les angles ρ_a, ρ_b, ρ_c de $\vec{N}_g$ et de celle sur l'angle μ mesuré.

Le calcul de l'orientation de $\vec{L}$ n'étant pas direct, nous avons préféré calculer les incertitudes sur les angles ρ'_a, ρ'_b et ρ'_c en déterminant les effets de chacun des paramètres.

On peut écrire :

$$\rho'_a = f(\rho_a, \rho_b, \rho_c, \mu)$$

On obtient en passant aux dérivées partielles :

$$d\rho'_a = \frac{\partial f}{\partial \rho_a} d\rho_a + \frac{\partial f}{\partial \rho_b} d\rho_b + \frac{\partial f}{\partial \rho_c} d\rho_c + \frac{\partial f}{\partial \mu} d\mu$$

L'incertitude sur ρ'_a peut donc s'écrire :

$$\Delta\rho'_a = \left| \frac{\partial f}{\partial \rho_a} \right| \Delta\rho_a + \left| \frac{\partial f}{\partial \rho_b} \right| \Delta\rho_b + \left| \frac{\partial f}{\partial \rho_c} \right| \Delta\rho_c + \left| \frac{\partial f}{\partial \mu} \right| \Delta\mu$$

On obtiendrait des relations semblables pour $\Delta\rho'_b$ et $\Delta\rho'_c$.

Les termes $\left| \frac{\partial f}{\partial \rho_a} \right|, \left| \frac{\partial f}{\partial \rho_b} \right|, \left| \frac{\partial f}{\partial \rho_c} \right|$ et $\left| \frac{\partial f}{\partial \mu} \right|$ sont estimés numériquement, pour

chaque situation de calcul, en étudiant l'influence de faibles variations des angles ρ_a, ρ_b, ρ_c et μ , comme le montrent les exemples cités dans le chapitre I.

TABLEAU DES RAPPORTS $I_{(hk.l)}/I_{(kh.l)}$ POUR LA RADIATION $K\alpha$ DU CUIVRE

Les valeurs de ce tableau sont utilisées pour déterminer le signe de θ et l'orientation des coupes Y. Elles sont extraites de deux articles parus dans Acta Crystallographica en 1963⁽¹¹⁾ et 1965⁽¹²⁾.

hk.	l=1	l=2	l=3	l=4	l=5	l=6
10.	2.47	0.25	<u>76.0</u>	0.28	2.88	<u>0.005</u>
20.	0.47	4.15	0.27	<u>0.03</u>	<u>36.16</u>	4.07
30.	<u>2.80</u>	0.46	<u>0.13</u>	2.15	<u>0.10</u>	
40.	<u>0.10</u>	<u>9.96</u>	0.58	<u>48.82</u>		
50.	<u>11.07</u>	<u>0.005</u>				
21.	1.19	3.18	0.25	<u>0.04</u>	<u>9.91</u>	<u>6.73</u>
31.	2.88	2.50	1.26	0.39	1.93	
41.	<u>0.14</u>	1.60	<u>8.91</u>			
32.	<u>68.35</u>	<u>0.07</u>	3.81	<u>6.06</u>		
42.	2.38					

TABLEAU DES RAPPORTS $I_{(hk.l)}/I_{(\bar{h}\bar{k}.\bar{l})}$ POUR LA RADIATION $K\alpha$
DU CUIVRE DANS LE CAS DU QUARTZ GAUCHE

Les valeurs de ce tableau ont été calculées, au laboratoire, par HENNEQUIN à partir des positions atomiques⁽¹¹⁾ et des valeurs des facteurs de diffusion atomique données dans les tables internationales. Elles sont utilisées pour calculer le signe de ϕ .

hk.	l=0	l=1	l=2	l=3	l=4	l=5	l=6
11.	<u>1.054</u>	<u>1.176</u>	1.004	0.965	0.980	0.974	0.985
12.	<u>1.218</u>	1.023	<u>1.047</u>	1.006	0.987	<u>0.902</u>	<u>0.897</u>
13.	0.994	1.032	<u>1.044</u>	<u>1.048</u>	1.019	0.982	
21.	<u>1.218</u>	0.993	0.998	<u>0.955</u>	<u>0.829</u>	0.991	1.007
31.	0.994	0.968	0.985	0.998	1.031	<u>1.038</u>	
22.	0.980	0.988	<u>0.821</u>	1.014	1.016	1.009	

CALCUL DES INCERTITUDES SUR LES ANGLES θ ET ϕ

L'angle θ est calculé (chapitre IV, p. 52) par :

$$\cos \theta = \frac{1}{\sin \xi} \quad \cos^2 \rho_1 + \cos^2 \rho_2 - 2 \cos \xi \cos \rho_1 \cos \rho_2$$

où les angles ρ_1 et ρ_2 sont des angles mesurés et ξ un angle connu.

On peut écrire cette relation sous la forme :

$$\text{Log}(\cos \theta) = \frac{1}{2} \text{Log}(\cos^2 \rho_1 + \cos^2 \rho_2 - 2 \cos \xi \cos \rho_1 \cos \rho_2) - \text{Log}(\sin \xi)$$

Le calcul différentiel donne :

$$\frac{-\sin \theta}{\cos \theta} d\theta = \frac{-\sin \rho_1 d\rho_1 (\cos \rho_1 - \cos \xi \cos \rho_2) - \sin \rho_2 d\rho_2 (\cos \rho_2 - \cos \xi \cos \rho_1)}{\cos^2 \rho_1 + \cos^2 \rho_2 - 2 \cos \xi \cos \rho_1 \cos \rho_2}$$

On obtient en passant aux incertitudes :

$$\Delta \theta = \frac{\sin \rho_1 |\cos \rho_1 - \cos \xi \cos \rho_2| \Delta \rho_1 + \sin \rho_2 |\cos \rho_2 - \cos \xi \cos \rho_1| \Delta \rho_2}{\text{tg} \theta |\cos^2 \rho_1 + \cos^2 \rho_2 - 2 \cos \xi \cos \rho_1 \cos \rho_2|}$$

Les angles ρ_1 et ρ_2 étant très voisins, on aura pour le calcul d'incertitude : $\rho_1 \simeq \rho_2 = \rho$. D'autre part, comme nous l'avons vu dans le chapitre I, nous pouvons considérer que les incertitudes sur les angles ρ_1 et ρ_2 sont égales à la même valeur $\Delta \rho$.

On obtient alors :

$$\Delta \theta = \frac{2 \sin \rho \cos \rho (1 - \cos \xi)}{2 \text{tg} \theta \cos^2 \rho (1 - \cos \xi)} \Delta \rho$$

Soit :
$$\Delta \theta = \frac{\text{tg} \rho}{\text{tg} \theta} \Delta \rho$$

On a d'autre part :

$$\cos a_1 = \frac{\cos \rho_1}{\cos \theta}$$

d'où

$$\text{Log} (\cos a_1) = \text{Log}(\cos \rho_1) - \text{Log} (\cos \theta)$$

On obtient, en passant aux différentielles :

$$- \text{tg } a_1 da_1 = - \text{tg} \rho_1 d\rho_1 + \text{tg} \theta d\theta.$$

Comme θ est fonction de ρ_1 , on obtient en introduisant l'expression de $d\theta$ trouvée précédemment :

$$- \text{tg} a_1 da_1 = - \text{tg} \rho_1 d\rho_1 + \frac{\sin \rho_1 d\rho_1 (\cos \rho_1 - \cos \xi \cos \rho_2) + \sin \rho_2 d\rho_2 (\cos \rho_2 - \cos \xi \cos \rho_1)}{\cos^2 \rho_1 + \cos^2 \rho_2 - 2 \cos \xi \cos \rho_1 \cos \rho_2}$$

En passant aux incertitudes et en tenant compte des remarques précédentes, on obtient :

$$\Delta a_1 = \frac{1}{\text{tg } a_1} \left\{ \left| -\text{tg} \rho + \frac{\sin \rho \cos \rho (1 - \cos \xi)}{2 \cos^2 \rho (1 - \cos \xi)} \right| \Delta \rho + \frac{\sin \rho \cos \rho (1 - \cos \xi)}{2 \cos^2 \rho (1 - \cos \xi)} \Delta \rho \right\}$$

d'où

$$\Delta a_1 = \frac{1}{\text{tg } a_1} \left\{ \left| -\text{tg} \rho + \frac{\text{tg} \rho}{2} \right| \Delta \rho + \frac{\text{tg} \rho}{2} \Delta \rho \right\}$$

soit
$$\Delta a_1 = \frac{\text{tg} \rho}{\text{tg } a_1} \Delta \rho$$

Comme a_1 est voisin de $\xi/2$ on aura :

$$\Delta a_1 = \frac{\text{tg} \rho}{\text{tg} \xi/2} \Delta \rho$$

ϕ étant égal à $a_1 - \xi/2$, on aura également :

$$\Delta\phi = \frac{\operatorname{tg} \rho}{\operatorname{tg} \xi/2} \Delta\rho$$

Les incertitudes sur les angles θ et ϕ sont donc :

$$\Delta\theta = \frac{\operatorname{tg} \rho}{\operatorname{tg} \theta} \Delta\rho$$

$$\Delta\phi = \frac{\operatorname{tg} \rho}{\operatorname{tg} \xi/2} \Delta\rho$$

ETUDE DE SERIES DE LAMES DE QUARTZ

Dans cette annexe, nous présentons les résultats obtenus pour des séries de lames de quartz. Ces lames nous étaient confiées sans aucune indication quant à leur orientation. Nous avons dû, pour chaque cas, déterminer les meilleures conditions d'observation.

La plupart de ces lames avaient déjà été utilisées comme résonateur et se présentaient sous forme de plaquettes métallisées munies de fils de connection. Cette dernière particularité a conduit à une adaptation du porte-échantillon. Pour conserver le parallélisme de la lame (3) et du plateau (1), nous avons dû interposer une bague (2) usinée avec le plus grand soin (fig. 40).

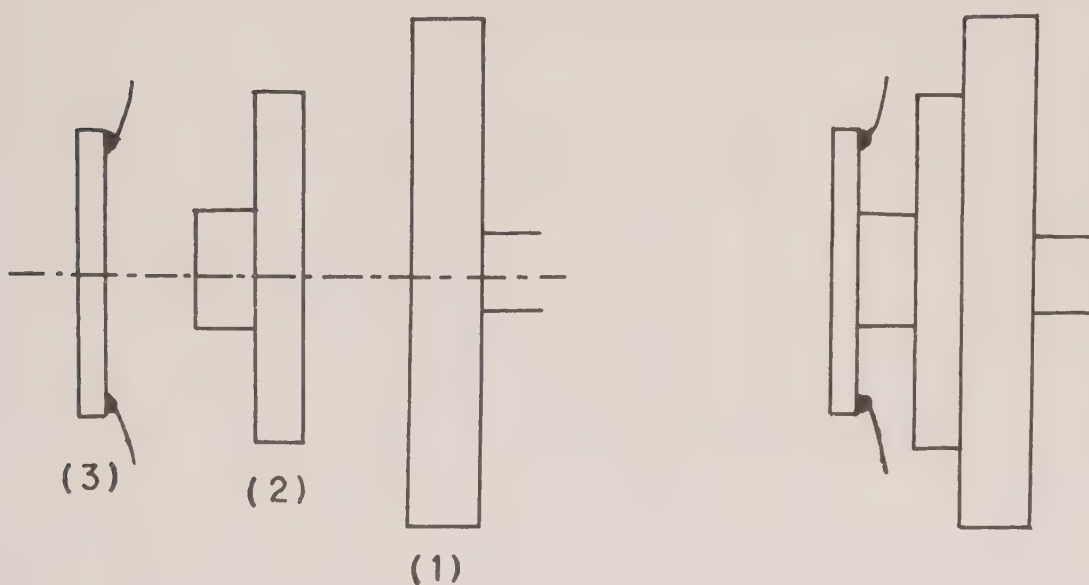


Fig. 40

Les résultats sont donnés sans le signe de ϕ , celui-ci n'intéressant pas l'utilisateur. Le signe de θ a été contrôlé sur une lame de chaque série sauf pour les coupes Y où il est donné pour chaque lame (série 5).

ϕ	θ
0.38°	40.15°
0.37°	40.15°
0.44°	40.14°
0.33°	40.16°
0.40°	40.15°
0.32°	40.18°

Série 1

ϕ	θ
1.74°	40.96°
0.97°	49.53°
0.07°	49.37°
0.98°	49.40°
0.32°	49.45°

Série 2

ϕ	θ
9.06°	57.06°
9.24°	56.16°
9.06°	54.99°
8.92°	53.07°
8.81°	53.10°
11.51°	57.98°
11.26°	57.32°
11.69°	56.98°
11.29°	56.39°

Série 3 - Doubles rotations

ϕ	θ
15.19°	60.06°
15.29°	60.11°
15.21°	60.04°
15.31°	60.08°
15.22°	60.05°
15.22°	60.03°

Série 4 - Doubles rotations

ϕ	θ
0.22°	-0.71°
0.10°	-0.81°
0.18°	-0.57°
0.26°	-0.83°

Série 5 - Coupes Y

ϕ	θ
29.94°	0.36°
29.95°	0.55°
28.55°	0.26°
28.89°	0.36°

Série 6 - Coupes X

Pour la série de coupes AT n° 7, la méthode de résolution de doublets n'a pas été utilisée. En effet, les angles ϕ de cette série sont dans l'ensemble très différents de 0 et les pics de diffraction d'un doublet sont bien séparés. Seules deux lames ont des angles voisins de zéro degré.

ϕ	θ
0.30°	35.23°
0.49°	35.36°
0°	35.34°
0.22°	35.29°
0.32°	35.48°
0.38°	35.35°
0.32°	35.25°
0.48°	35.45°
0.39°	35.26°
0.41°	35.25°
0°	35.24°
0.36°	35.30°
0.39°	35.27°

Série 7 - Coupes AT

La série 8, au contraire, correspond à des coupes AT de meilleure qualité quant à l'orientation obtenue. Pour l'étudier, il a fallu faire appel à la méthode de résolution de doublets exposée dans le chapitre IV.

ϕ	θ
0.24°	35.45°
0.03°	35.46°
0.07°	35.44°
0.12°	35.45°
0.07°	35.44°
0.10°	35.45°
0.00°	35.46°
0.24°	35.45°

Série 8 - Coupes AT

On remarque que les angles θ et ϕ correspondent rarement aux angles attendus.

Pour cette étude, si les lames étaient pour nous d'orientations inconnues, l'utilisateur connaissait l'orientation présumée de chaque lame. Pour certaines séries, il y a eu conflit. Nous avons toujours, après vérification, maintenu nos résultats. De son côté, l'utilisateur a, chaque fois, repris ses calculs avec nos valeurs et il a, grâce à cela, reconnu leur exactitude.

VERSION N° 4 DU GONIOMETRE

Cette dernière version du goniomètre réalisée au laboratoire se distingue des précédentes par le fait qu'elle possède deux détecteurs.

L'intérêt de cette modification est de permettre un gain de temps et de pouvoir choisir des conditions d'observation mieux adaptées à chaque type de lame. Comme nous l'avons vu précédemment, il y a diffraction pour une position ω du porte-échantillon si :

$$\omega = \theta_B - \rho$$

où θ_B est l'angle de Bragg et ρ l'angle entre la normale au plan réflecteur et la normale à la lame.

Pour une lame donnée, il se peut que, pour une position ω , plusieurs couples (θ_B, ρ) puissent satisfaire à la relation précédente. On peut alors observer simultanément, sur chacun des deux détecteurs, un pic de diffraction.

Un programme permet de prévoir, pour une lame donnée, toutes les situations favorables.

L'intérêt de ce montage est par exemple, pour une coupe AT, de permettre d'observer, sur un des détecteurs, un doublet favorable à la mesure de ϕ et sur l'autre, un plan situé sur le miroir vertical favorable à celle de θ .

Lors du contrôle d'une lame, les temps de calcul étant inférieurs aux temps de mesure et de déplacement du porte-échantillon, on peut obtenir le résultat avec un minimum de mouvement sur l'appareil. Ce qui peut permettre d'envisager une mesure industrielle.

SYMBOLES UTILISES

$\vec{a}, \vec{b}, \vec{c}$: vecteurs de base de la maille directe.

$\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*$: vecteurs de base de la maille réciproque.

$\vec{N}_{g_i}$: normale géométrique à la grande face d'une lame monocristalline.

$\vec{L}$: grand côté d'une lame rectangulaire.

$x_{1_i}, x_{2_i}, x_{3_i}$: coordonnées de $\vec{N}_{g_i}$ dans l'espace direct.

$y_{1_i}, y_{2_i}, y_{3_i}$: coordonnées de $\vec{N}_{g_i}$ dans l'espace réciproque.

c_1, c_2, c_3 : coordonnées covariantes de $\vec{N}_g$ dans le repère expérimental.

$\vec{n}_{hkl}^*$: rangée du réseau réciproque.

$\vec{n}^{*'} :$ projection de $\vec{n}^*$ dans le plan de la lame.

$F : \vec{N}_g \wedge \vec{n}^{*'} :$

h_i, k_i, l_i : indices d'un plan réticulaire.

u_D, v_D, w_D : indices non entiers d'une direction $\vec{D}$ dans le réseau direct.

h_D, k_D, l_D : indices non entiers d'une direction $\vec{D}$ dans le réseau réciproque.

G : tenseur métrique.

g_{ik} : éléments du tenseur métrique.

P : matrice du repère expérimental.

$R : P^{-1}$

r_{ik} : éléments de la matrice R .

$x_i^!, y_i^!, c_i^!$: incertitudes sur x_i, y_i, c_i .

XYZ : repère orthonormé des utilisateurs du quartz.

$\vec{N}_p$: projection de $\vec{N}_g$ dans le plan XOY.

OXYZ : repère lié au bâti de la scie.

$Oxyz$: repère lié à la tête goniométrique de la scie.

$\vec{Ox}$ et $\vec{Oz}$: axes de rotation de la tête goniométrique de la scie.

r_x et r_z : rotations à effectuer autour des axes $\vec{Ox}$ et $\vec{Oz}$.

$\vec{N}_{g_R}$: normale géométrique à la lame de référence utilisée lors du calcul des rotations r_x et r_z .

ω et Ω : positions de diffraction du porte-échantillon.

θ_B : angle de Bragg.

ρ : angle $(\vec{N}_g, \vec{n}^*)$.

μ : angle $(\vec{n}^*, \vec{L})$.

ρ_a, ρ_b, ρ_c : angles que fait $\vec{N}_g$ avec les vecteurs de base.

$\rho'_a, \rho'_b, \rho'_c$: angles que fait $\vec{L}$ avec les vecteurs de base.

ϕ, θ, ψ : angles utilisés pour définir la coupe d'une lame de quartz.

τ : angle $(\vec{Ox}, \vec{N}_g)$.

ξ : angle $(\vec{Ox}, \vec{N}_{g_R})$.

δ : angle $(\vec{N}_g, \vec{N}_{g_R})$.

REFERENCES

- 1 - J.F. DARCES, R. DEVILLERS, F. HAMELIN, J. LAMBOLEY, H. MERIGOUX - Contrôle automatique de l'orientation des quartz. Perspectives de distinction entre quartz naturel et synthétique. Annales Françaises de Chronométrie et de Microtechnique. 32,41 (1975).
- 2 - J.F. DARCES - Thèse de 3ème cycle, n° 110 (1970) - BESANCON.
- 3 - S.A. TOURE - Thèse de 3ème cycle, n° 198 (1974) - BESANCON.
- 4 - J.Y. EXERTIER - Thèse de 3ème cycle, n° 154 (1973) - BESANCON.
- 5 - QUARTZ (Silice) - Association régionale de paléontologie-préhistoire et des amis du museum de Lyon (1979).
- 6 - C. FRONDEL - The system of Mineralogy, vol. III - Silica Minerals (1962).
- 7 - A. DE VRIES - Détermination of the absolute configuration of α -Quartz. NATURE, 181, 1193 (1958).
- 8 - Proceedings of the Institute of Radio Engenering, 37, 1378 (1949).
- 9 - P. TERPSTRA and L.W. CODD - Crystallometry (1961).
- 10 - A.F. PEERDEMAN and J.V. BIJOVET - The indexing of reflexions in investigations involving the use of the anomalous effect. Acta. Cryst. 9; 1012 (1956).
- 11 - S.S. GORDON and E.A. LEROY - Refinement of the atomic parameters of α -quartz. Acta Cryst. 16, 42 (1963).
- 12 - W.H. ZACHARIASEN and H.A. PLETTINGER - Extinction in quartz. Acta Cryst. 18, 710 (1965).
- 13 - W.H. BOND and J.A. KUSTERS - Making doubly rotated quartz plates. Proceedings of the 31st annual symposium on frequency control, 153 (1977).

- 14 - M.N. HECHMATI - Thèse de 3ème cycle, n° 197 (1974) - BESANCON.
- 15 - J.F. DARCES, J. LAMBOLEY, H. MERIGOUX - Preliminary calculations for the cutting of a single crystal block : applications - Fifth European Crystallographic Meeting - Copenhagen - Danemark - 13-17 August 1979.

BIBLIOGRAPHIE

- H. MERIGOUX et J.F. DARCES - Mesure de l'orientation d'une lame taillée dans un monocristal - Bull. Soc. Mineral. Cristallogr. 94, 166 (1971).
- J.F. DARCES, H. MERIGOUX - Final X-ray control of the orientation of round or rectangular slides for industrial purposes - 32nd Annual Symposium on Frequency Control - 31 May - 2 June 1978.
- R.A. HEISING - Quartz crystals for electrical circuits (1978).
- Am. Mineral. 30 (1945).

